

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

PRÁTICAS DE QUÍMICA ORGÂNICA

Orgânica Experimental

Curso de Ciências Biológicas

## NORMAS DE SEGURANÇA

O laboratório químico é um lugar que potencialmente oferece perigos que podem ser divididos em três categorias: a) *Fogo e explosão*; b) *Substâncias tóxicas e corrosivas* e c) *Vidraria frágil*.

A melhor forma do usuário de um laboratório prevenir-se de acidentes reside em duas etapas fundamentais: 1- *Reconhecer a existência do perigo* e 2 – *Conhecer as normas de segurança e adotá-las*.

Entre essas normas de segurança podem ser citadas:

### Proteção individual

A utilização de um avental ou guarda-pó, preferencialmente em algodão é **obrigatório** em todos os laboratórios, além de sapatos fechados e calça comprida.

Os olhos são especialmente susceptíveis a danos por qualquer tipo de acidente dentro do laboratório, por isso, é **obrigatório o uso de óculos de proteção**, mesmo que não estiver executando nenhum experimento (provavelmente alguém estará).

Verifique a posição dos chuveiros, lava-olhos, extintores, baldes de areia e mantas incombustíveis. Familiarize-se com seu funcionamento.

Nunca trabalhe sozinho no laboratório, pois, em caso de acidente, ninguém poderá lhe ajudar.

### Precauções contra fogo e explosões

Sempre que possível evite a utilização de chamas abertas no laboratório. Caso seja necessário, os seguintes cuidados são necessários:

- Nunca deixe solventes inflamáveis, mesmo em quantidades pequenas, próximo de uma chama;
- Não transferir ou verter líquidos inflamáveis de um recipiente para outro nas proximidades de uma chama;
- O aquecimento de líquidos inflamáveis com uso de chama deve ocorrer em recipientes providos de condensador de refluxo ou destilação;
- Evitar a utilização de dissulfeto de carbono (CS<sub>2</sub>) por ser extremamente inflamável.
- Jamais aqueça solventes, inflamáveis ou não, em sistemas fechados, pois o aumento da pressão interna pode levar à explosão da aparelhagem e à ignição de seu conteúdo.
- A destilação de líquidos inflamáveis altamente voláteis (especialmente éter) deve ser feita com manta aquecedora ou banho-maria. A saída lateral da alonga deve estar conectada a um tubo de borracha que se estenda para longe da fonte de calor ou para um ralo com corrente de água. O recipiente coletor também pode estar em banho de gelo.

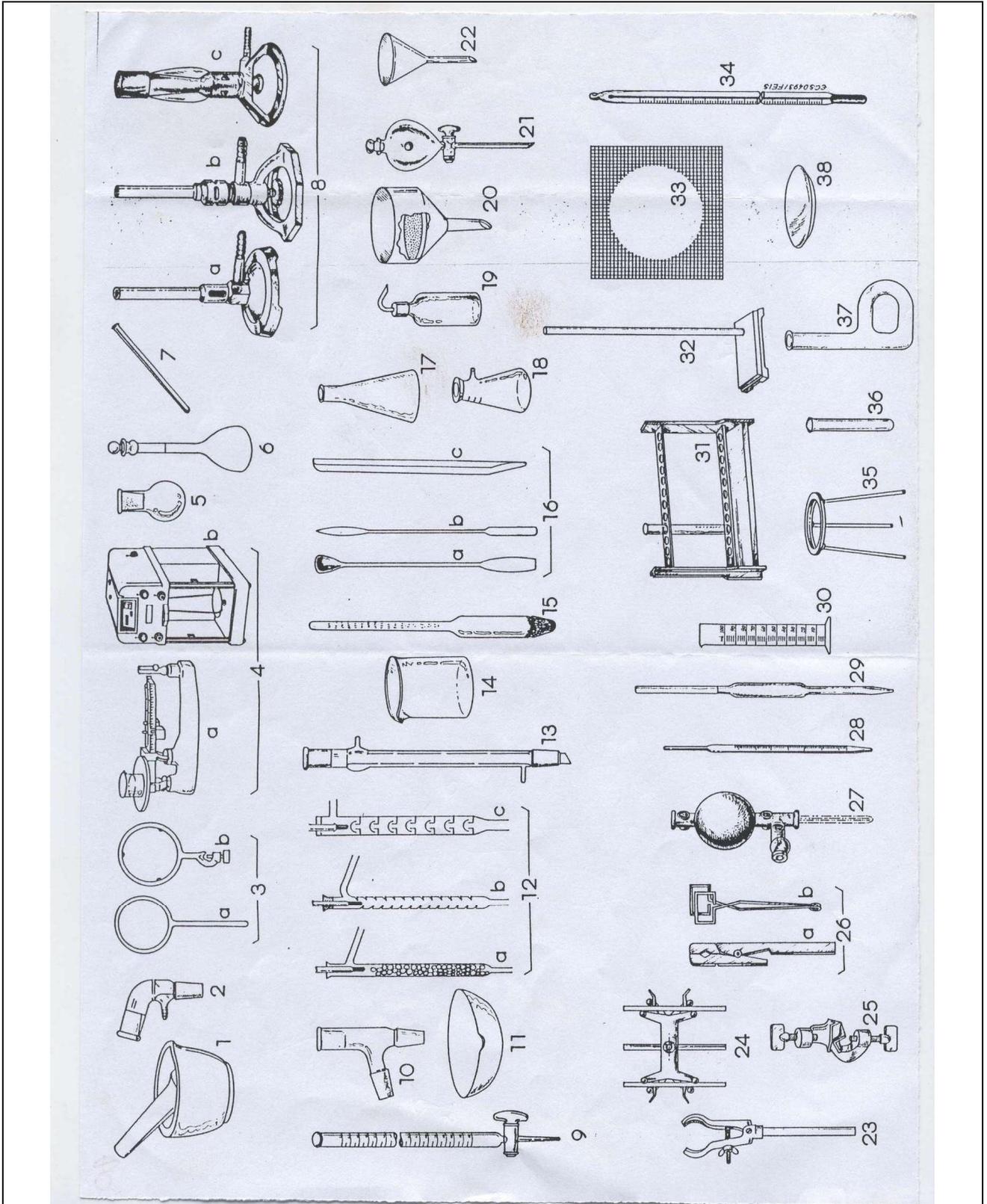
### Precauções com substâncias tóxicas e corrosivas

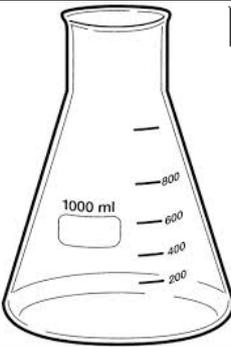
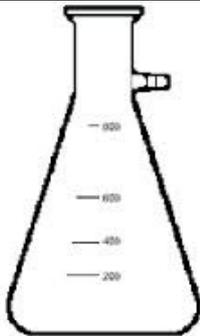
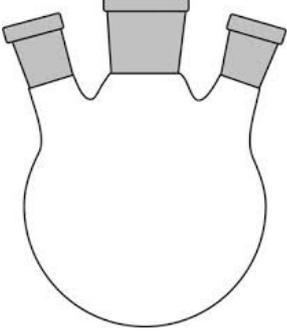
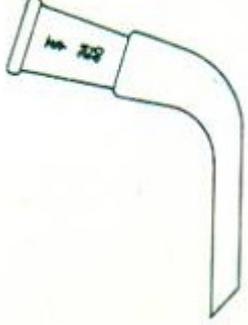
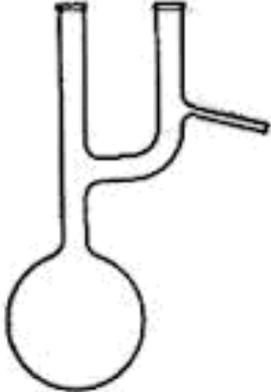
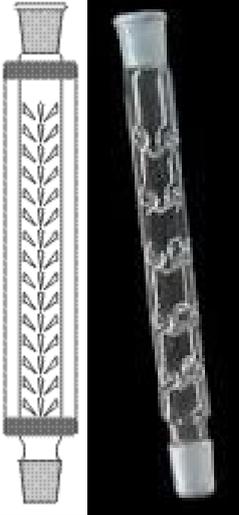
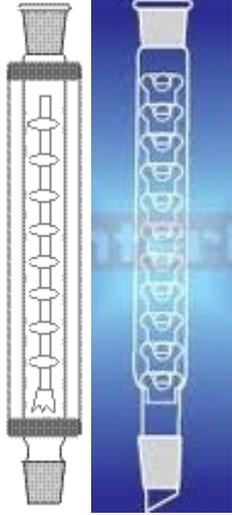
1 – Não permitir que reagentes e solventes entrem em contato com a sua pele e, em caso de contaminação, lavar a parte afetada com água e sabão. Não utilize solventes orgânicos (acetona, álcool) nessa lavagem, pois somente irão aumentar a absorção do contaminante através da pele. A transferência de sólidos deve ser efetuada com o auxílio de espátulas e os líquidos devem ser transferidos com o auxílio de provetas ou de pipetas (**nunca fazer a sucção com a boca**).

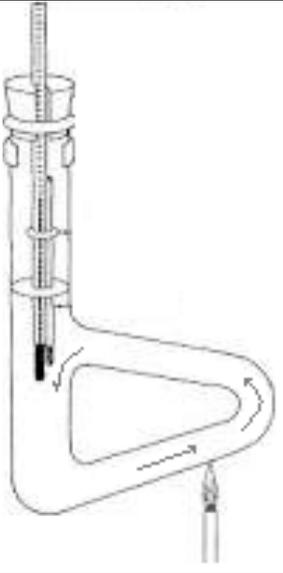
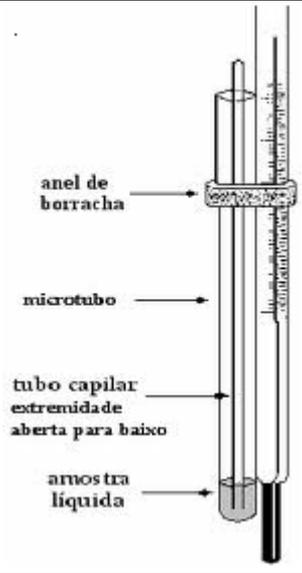
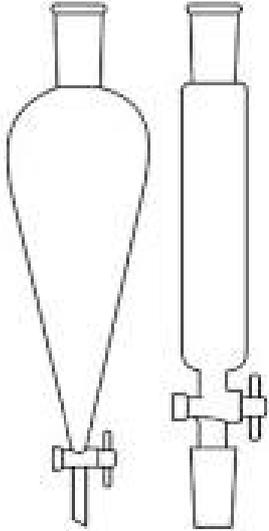
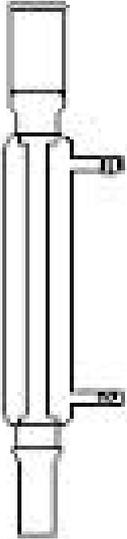
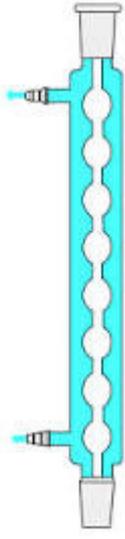
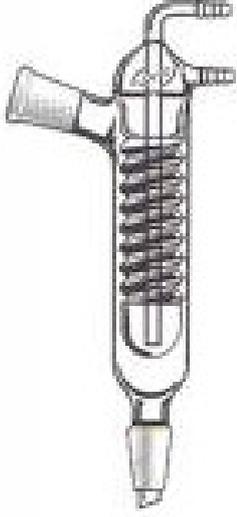
2 – Não degustar nada no laboratório, exceto se for especificamente orientado a fazê-lo.

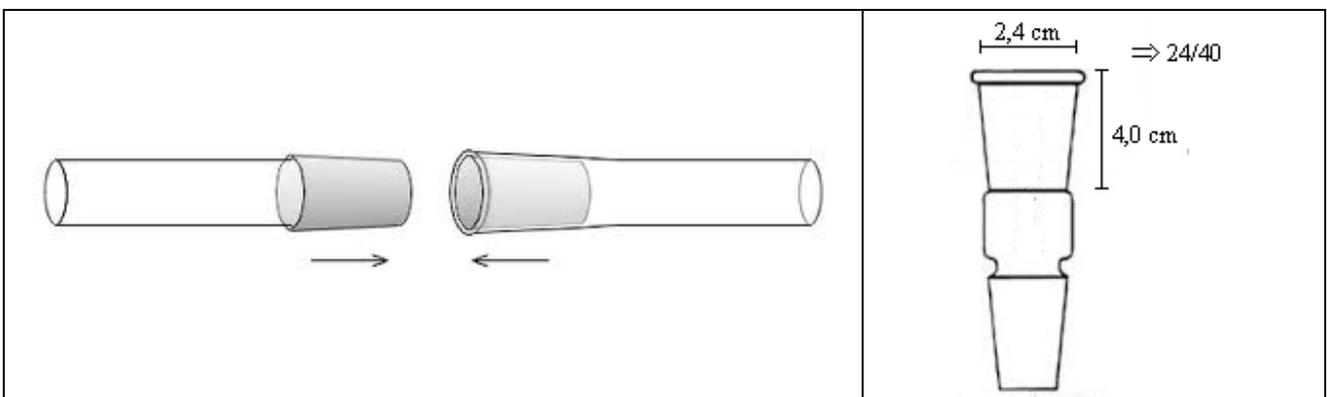
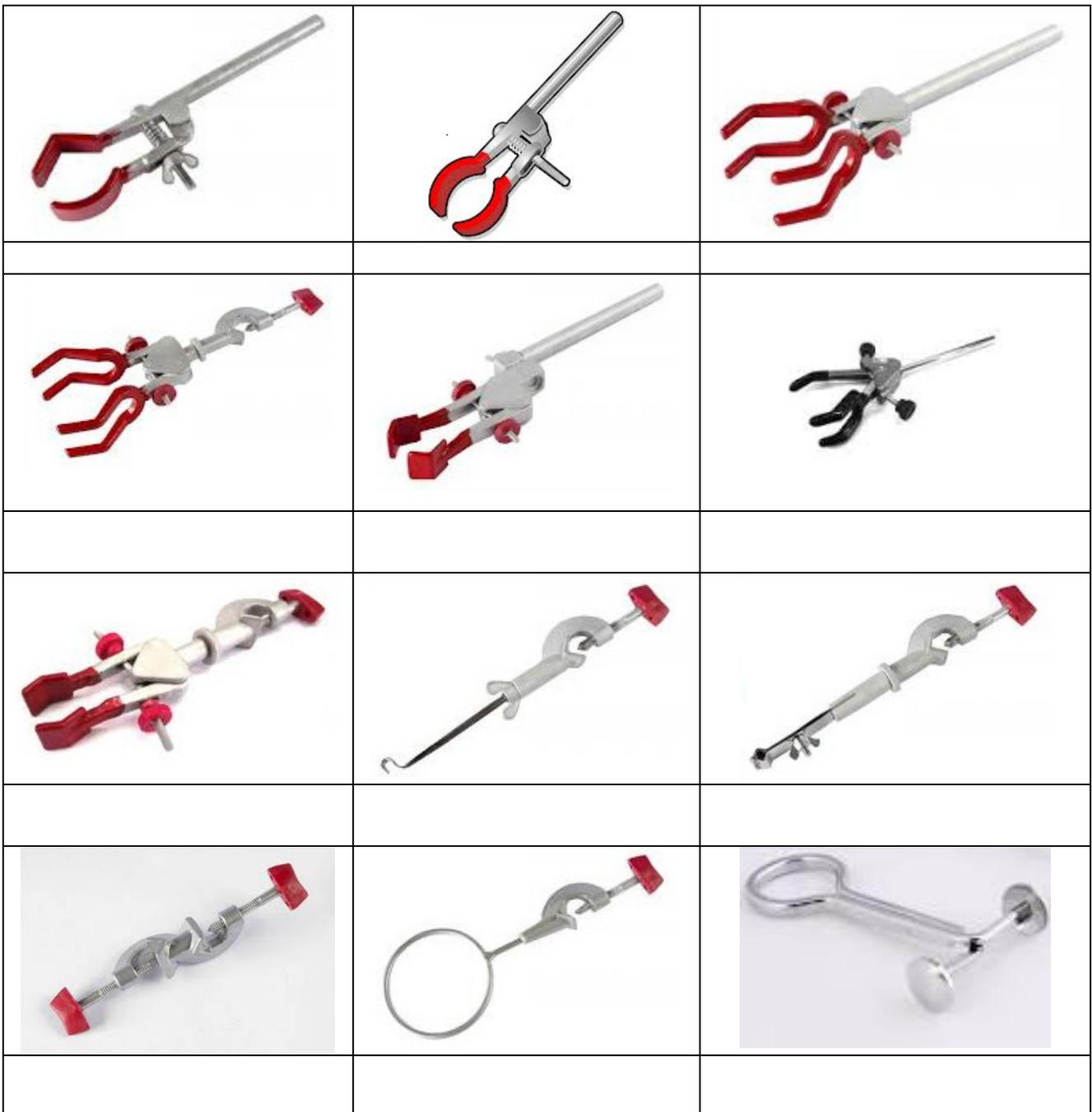
3 – Ao transferir ou manejar solventes voláteis ou substância que desprendem vapores tóxicos ou corrosivos, utilize uma capela com exaustão ou um local bem ventilado. Nas reações onde ocorre desprendimento de vapores ou gases corrosivos, providenciar a instalação de colunas com sequestrantes ou coletores com baixa temperatura (trap) e fluxo de gás inerte no sistema.

Alguns equipamentos básicos de laboratório



	<p>anel de borracha</p> <p>microtubo</p> <p>tubo capilar extremidade aberta para baixo</p> <p>amostra líquida</p> 		
			
	 <p>1000 ml.</p>		



As juntas mais comuns são: 14/20; 19/38; 24/40 e 29/42

<b>CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES</b>	<b>I</b>
---------------------------------	----------

As concentrações mais usuais em laboratório são a molaridade, normalidade, molalidade e as porcentagens.

### A. Molaridade

Refere-se à quantidade de moles de soluto por litro de solução e é expressa pela equação:

$$M = \frac{m}{V \cdot \text{mol}} \quad [1]$$

onde  $m$  é a massa do soluto em gramas;  $V$  o volume da solução em litros e  $\text{mol}$  o mol do soluto.

Como o número de moles do soluto é o quociente entre a sua massa e seu mol;

$$n = \frac{m}{\text{mol}} \quad [2]$$

a equação [1] fica;

$$M = \frac{n}{V} \text{ ou } n = M \cdot V \quad [3]$$

### B. Experimento

*Material:* Espátula, balão volumétrico de 250 mL, béquer de 100 mL e 50 mL, minipipeta plástica.

*Substâncias:* NaCl P.A.

Preparo de 250 mL de uma solução 0,1M de cloreto de sódio em água.

Pela equação, temos  $M$ , mol (mol do NaCl = 58,5) e  $V$ , restando-nos calcular a massa de soluto que deverá ser pesada.

$$m = 0,1 \cdot 0,25 \cdot 58,5 = 1,4625\text{g}$$

Portanto, pesa-se 1,463 g de cloreto de sódio e dissolve-se esta quantidade em um pouco de água. Após dissolução, transfere-se a solução para um balão volumétrico de 250 mL e completa-se o volume com mais água.

### C. Diluição

Na diluição, o número de moles do soluto não se altera, de forma que  $n$  antes da diluição =  $n$  depois da diluição. Isto permite escrever:  $n_{\text{antes}} = M_1 V_1$  e  $n_{\text{depois}} = M_2 V_2 \rightarrow M_1 V_1 = M_2 V_2$  [4].

### D. Experimento

*Material:* Pipeta volumétrica de 10 mL, balão volumétrico de 100 mL, minipipeta de plástico.

*Substâncias:* Solução recém preparada de NaCl.

No preparo de 100 mL ( $V_2$ ) de uma solução 0,01 M ( $M_2$ ) de NaCl em água, tomar uma alíquota de 10 mL da solução recém preparada ( $V_1$ ) e transferi-la para o balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água deionizada.

### E. Porcentagem

As porcentagens são práticas de se trabalhar e podem ser em número de quatro; porcentagem em volume – gramas de soluto por volume de solução (m/v) ou volume de soluto por volume de solução (v/v) – e

porcentagem em massa – gramas de soluto por gramas de solução (m/m) ou volume de soluto por gramas de solução (v/m).

O emprego de um ou outro dependerá das circunstâncias e do uso a que se destina a solução. A porcentagem massa/volume, também chamada de gramas por decilitro é conveniente quando se trata de soluto sólido e solvente líquido e a porcentagem volume/volume (mℓ/100mℓ) quando tanto soluto quanto solvente são líquidos. A porcentagem massa/massa (g/100g) pode ser tanto empregada em soluções líquidas quanto sólidas e a porcentagem volume/massa (mℓ/100g) costuma ser empregada na adsorção de líquidos e gases em sólidos.

Como em laboratório é mais comum o emprego de soluções líquidas, o procedimento é dissolver-se a quantidade necessária de soluto em um pouco de solvente, transferir-se a solução para um balão volumétrico e completar-se o volume com o solvente, empregando-se a porcentagem em volume.

## F. Experimento

*Material:* Proveta de 100 mℓ e 50 mℓ, alcoômetro de Gay-Lussac, béquer de 100 mℓ.

*Substâncias:* Álcool comercial 96°GL.

Preparo de várias soluções hidroetanólicas empregando-se álcool comercial (96 GL) que normalmente possui 96 % de álcool e 4 % de água em volume.

Através da equação  $%_1V_1 = %_2V_2$  preparar 100 ml de soluções a 10%, 20%, 40%, 50% e 70 %. Utilizando uma proveta e um alcoômetro de Gay-Lussac, verificar os valores de porcentagem corretos, determinar a densidade das soluções através das tabelas auxiliares e fazer um gráfico de densidade contra porcentagem em volume.

## CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

## II

### A. Preparo de soluções a partir de produtos comerciais

Soluções comerciais de ácidos costumam ter no rótulo a densidade e a concentração em porcentagem, geralmente em massa (m/m), de forma que deve-se determinar a molaridade da solução concentrada antes de proceder-se à diluição.

Consultando-se as tabelas auxiliares, observa-se que o HCl com densidade 1,18 possui uma porcentagem de 36 % em massa, ou seja, 36 g de HCl em 100 g de solução. Como a equação de molaridade (eq. 1) emprega o volume da solução, transforma-se 100 g de solução em volume através da densidade dessa solução:  $1,18 = 100/V_{\text{sol}}$ , de forma que escreve-se:

$$36 \text{ g de HCl} - 100 \text{ g de solução} - 100/1,18 \text{ ml de solução}$$

esse valor de volume é posto na equação da molaridade que fica:

$$M = \frac{36}{(100/1,18) \cdot 10^{-3} \cdot 36,5} = 11,6 \text{ M}$$

lembrando que o volume na fórmula é em litros e o mol do HCl vale 36,5 g/mol.

### B. Experimento

*Material:* Pipeta volumétrica de 1 ml, balão volumétrico de 250 ml, minipipeta plástica.

*Substâncias:* HCl comercial concentrado ( $D = 1,18 \text{ g/ml}$ ).

Para preparar-se 250 ml de HCl 0,1 M, emprega-se a equação 4, onde  $M_1$  é a molaridade da solução concentrada,  $M_2$  a da solução diluída,  $V_2$  o volume de solução diluída a ser preparada e  $V_1$  a alíquota que se deve tomar da solução concentrada.

$$11,6 \cdot V_1 = 0,1 \cdot 250 \rightarrow V_1 = 2,16 \text{ ml}$$

Portanto, transfere-se uma alíquota de 2,16 ml da solução concentrada para o balão volumétrico e dilui-se a 100 ml com água deionizada.

### C. Padronização do HCl pelo Carbonato de Sódio

O carbonato de sódio,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $\text{MM} = 106$ ) é considerado substância padrão para padronização de soluções de ácido clorídrico.



01 – Em béquer pequeno, pesar três porções de 0,053 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e passá-las para erlenmeyers de 250 ml.

02 – Dissolver as porções de carbonato em aproximadamente 50 ml de água deionizada e juntar duas gotas de alaranjado de metila.

03 – Lavar a bureta três vezes com porções de 5 ml do ácido preparado. Enchê-la até 1 a 2 ml acima do zero, encher o bico abaixo da torneira e ajustar o volume a “0” ml.

NOTA: Sempre que usar a bureta, deverá proceder como foi indicado.

05 – Colocar o Philips, contendo a substância padrão em solução e o indicador, sobre um fundo branco (folha de papel) e juntar o ácido lentamente da bureta.

06 – Durante a adição do ácido, o frasco deve ser constantemente agitado com a mão direita, enquanto a outra controla a torneira da bureta.

07 – Próximo à viragem do indicador, lavar as paredes do Philips com água deionizada (frasco lavador) e continuar a titulação cuidadosamente juntando o ácido, gota a gota, até obter a cor intermediária do indicador.

Alaranjado de metila: pH < 3,1 vermelho e pH > 4,4 alaranjado

08 – Anotar a leitura final da bureta com precisão de  $\pm 0,02 \text{ mL}$ .

09 – Repetir esta operação com as outras porções de carbonato.

### C – Cálculo

01 – A partir da massa de carbonato e do volume do ácido gasto na titulação, calcular a concentração exata da solução, para cada porção e, a média aritmética.

$$M = \frac{2 \times \text{massa de carbonato}}{\text{Volume do HCl (ml)} \cdot 10^{-3}}$$

2 – A partir da molaridade média, calcular o fator de correção "f" para a solução 0,1 M.

$$f = \frac{M}{0,1}$$

# INDICADORES

## III

### 1. Introdução

Indicadores são substâncias relativamente complexas que possuem a capacidade de alterar sua cor dependendo do pH onde estejam. Devido a essa propriedade, são empregadas em titulações como sinalizadoras do término de uma determinada reação, assim como indicar a faixa de pH de uma determinada solução, água de abastecimento, produto comercial, etc. No quadro abaixo, estão alguns indicadores com seus respectivos pH's de viragem.

indicador	pH de Viragem	mudança de cor
Azul de timol	1,2 – 2,8	vermelho – amarelo
Púrpura de m-cresol	1,2 – 2,8	vermelho – amarelo
4-Dimetilaminoazobenzeno	2,9 – 4,0	vermelho – amarelo alaranjado
Azul de bromofenol	3,0 – 4,6	amarelo – violeta avermelhado
Vermelho do Congo	3,0 – 5,2	violeta azulado – laranja avermelhado
Alaranjado de metila	3,1 – 4,4	vermelho – laranja amarelado
Verde de bromocresol	3,8 – 5,4	amarelo – azul
Indicador misto 5 Merck	4,4 – 5,8	violeta avermelhado – verde
Vermelho de metila	4,4 – 6,2	vermelho – amarelo alaranjado
Tornassol	5,0 – 8,0	vermelho – azul
Púrpura de bromocresol	5,2 – 6,8	amarelo – púrpura
Vermelho de bromofenol	5,2 – 6,8	amarelo alaranjado – púrpura
Azul de bromotimol	6,0 – 7,6	amarelo – azul
Vermelho de fenol	6,4 – 8,2	amarelo – vermelho
Vermelho neutro	6,8 – 8,0	vermelho azulado – amarelo alaranjado
Vermelho de cresol	7,0 – 8,8	amarelo – púrpura
Púrpura de m-cresol	7,4 – 9,0	amarelo – púrpura
Azul de timol	8,0 – 9,6	amarelo – azul
Fenolftaleína	8,2 – 9,8	incolor – violeta avermelhado
timolftaleína	9,3 – 10,5	incolor – azul
Amarelo de alizarina GG	10,0 – 12,1	amarelo claro – amarelo acastanhado
Azul de épsilon	11,6 – 13,0	alaranjado - violeta

### 2. Procedimento experimental

*Material:* bastão de vidro, placa de toque, pipetas de 5 mL, papel tornassol, alaranjado de metila, fenolftaleína, azul de timol, vermelho de metila, azul de bromotimol, vermelho de cresol, extratos vegetais, limão, vinagre, soda, sal, leite, ácido muriático, sabonete comum.

*Procedimento:* em uma placa de toque, adicionar uma gota de cada substância na sequência especificada e em seguida adicionar uma gota de um indicador em cada depressão contendo as substâncias. Observar a coloração em cada depressão e anotar os resultados na tabela do relatório. Em seguida, repetir o mesmo procedimento com os outros indicadores.

No caso do papel tornassol, molhar o bastão de vidro na solução e umedecer o papel indicador com ela.

Os extratos vegetais (repolho roxo, beterraba, etc.) devem estar previamente preparados e serem usados do mesmo modo que os indicadores prévios.

## SEPARAÇÃO DE MISTURAS (filtração e destilação)

IV

### 1. Introdução

Em laboratório é comum empregar-se substâncias quimicamente puras, porém, essa situação nem sempre é verdadeira. Reagentes e solventes podem apresentar-se impuros, seja por contaminação, degradação ou adsorção de algum componente atmosférico. As reações químicas, ao final, geralmente conduzem a uma mistura de substâncias que devem ser identificadas, separadas e finalmente purificadas.

Muitos são os métodos para purificação ou separação de misturas, entre elas podem ser citadas a catação, flotação, levigação, precipitação, cristalização, etc. Métodos laboratoriais e industriais muito úteis e que proporcionam ótimos resultados.

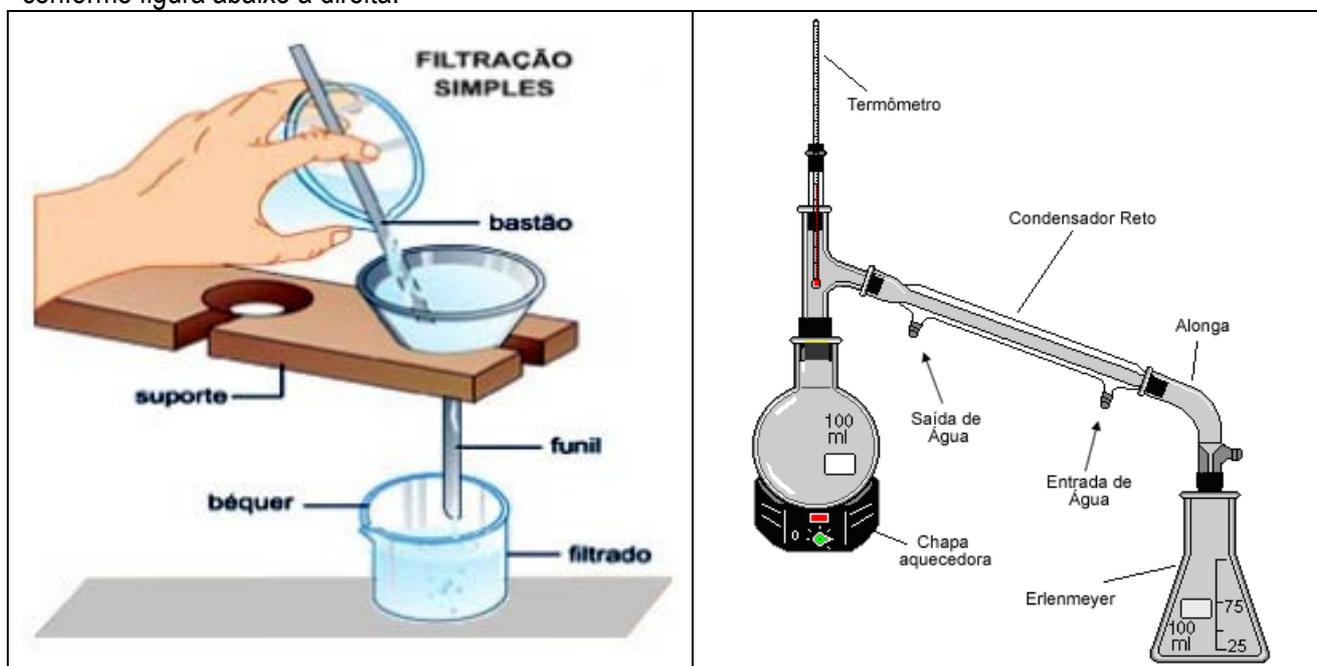
Na sequência, serão estudados os métodos de separação por solventes, destilação simples e fracionada, sublimação a vácuo, cristalização e cromatografia.

### 2. Filtração simples e destilação

Na filtração simples, separam-se líquidos de sólidos que estejam depositados ou em suspensão no líquido, conforme figura abaixo à esquerda.

A destilação é uma operação na qual um líquido é aquecido à ebulição em aparelhagem adequada. Seus vapores são condensados e recolhidos. É usada para separar misturas de líquidos, líquidos de sólidos e, mais raramente, sólidos de sólidos.

O equipamento envolve um sistema de aquecimento, um balão, uma cabeça de destilação e uma conexão de saída (alonga), um condensador, um termômetro e um frasco para recolher o líquido destilado, conforme figura abaixo à direita.



### 3. Técnicas

**Material:** Frasco contendo água, sal e areia, cápsula de porcelana, bastão de vidro, pipeta volumétrica de 10 mL, funil de vidro, 2 béqueres de 50 mL, papel de filtro, base com haste, aro para funil, tripé, placa refratária, bico de Bunsen, equipamento para destilação simples, manta aquecedora, termômetro, cápsula de porcelana.

*Procedimento:* Preparar o funil de filtração conforme instruções e adicionar gradativamente a mistura para filtração (separe da solução filtrada, aproximadamente 20 mL). Ao final, lave o filtrado com um pouco de água destilada. Em seguida adicione 10 mL do filtrado (que foi pego inicialmente) a uma cápsula de porcelana tarada, pese o conjunto e leve ao fogo baixo até a secura. Deixe esfriar e pese o conjunto (cápsula com sólido) e determine a concentração (%m/m e %m/v) da solução. O restante da solução é adicionado ao balão de destilação e o equipamento montado conforme instruções.

#### 4. Destilação fracionada (demonstração)

A destilação fracionada é um processo semelhante ao da destilação simples, porém ao empregar-se uma coluna de retificação entre o balão de destilação e a cabeça de condensação, ocorre a separação de misturas líquidas, onde os pontos de ebulição dos componentes diferem em menos de 80°C.

Um líquido puro entra em ebulição quando sua pressão de vapor se iguala à pressão atmosférica. Uma mistura binária entra em ebulição quando a soma das pressões parciais de vapor atinge a pressão externa.



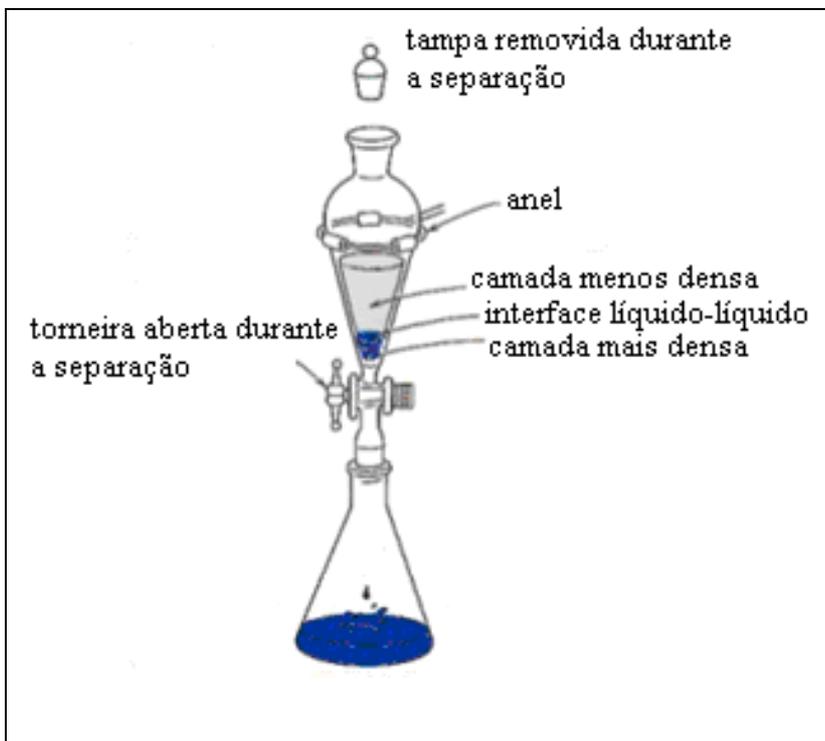
## SEPARAÇÃO DE MISTURAS (extração por solvente)

V

### 1. Extração por solvente

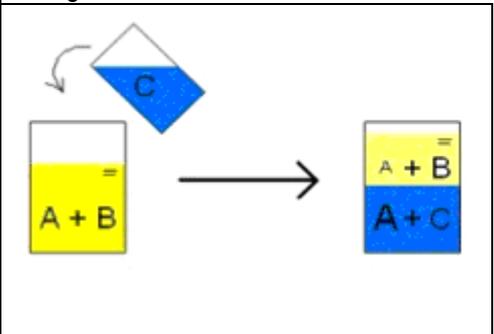
Também conhecida como *extração por solvente e partição*, é um método para separar compostos baseado em suas diferentes solubilidades em dois líquidos imiscíveis. A imiscibilidade, total ou parcial, está relacionada à constante dielétrica dos líquidos empregados na separação. Quanto maior a diferença entre as constantes dielétricas dos líquidos, menor a miscibilidade entre eles. A Tabela I apresenta os valores das constantes dielétricas (CD) de várias substâncias, além de seus pontos de ebulição (PE), densidade e momento de dipolo ( $\mu$ ).

#### 1.1. A técnica



A extração líquido-líquido é uma técnica básica em laboratórios químicos, onde é realizada usando-se um funil de separação, conforme pode ser visto na Figura ao lado.

Como exemplo onde se tem dois líquidos A e B, miscíveis entre si e quer-se separar A de B, pode-se usar um terceiro líquido, C que seja mais miscível com A do que com B, como na figura abaixo.



A separação entre o *extrato*, A e C, e o *refinado*, A e B, é feita com uma ampola de decantação ou um funil separador. O refinado pode ser mais purificado com etapas adicionais sucessivas de extração líquido-líquido. A recuperação de A a partir do extrato é geralmente feita por destilação.

#### 1.2. Vantagens

1. O processo pode ser realizado à temperatura ambiente ou ambiente climatizado, caso empregue-se solventes voláteis.
2. Possibilidade de emprego de solventes seletivos, ou mistura de solventes, onde se varia a constante dielétrica do meio através da proporção entre os solventes na mistura (vide Tabela II).
3. Possibilita o controle de pH, força iônica e temperatura, de forma a evitar a desnaturação de enzimas e proteínas (sistemas aquosos bifásicos de biomoléculas).

Tabela I. Constantes dielétricas e outras propriedades físicas de algumas substâncias

Solvente	PE (°C)	CD	Dens. (g/ml)	$\mu$ (D)
ar		1,0		
pentano	36	1,84	0,626	0,00
hexano	69	1,88	0,655	0,00
heptano		1,92		
isooctano		1,94		
ciclopentano	40	1,97	0,751	0,00
ciclohexano	81	2,02	0,779	0,00
tetracloro de carbono	76	2,24		0,00
1,2,4-triclorobenzeno		2,24		
1,4-dioxana	101	2,25	1,033	0,45
benzeno	80	2,27	0,879	0,00
tolueno	111	2,38	0,867	0,36
triethylamina		2,42		
o-xileno		2,57		
éter etílico	35	4,34	0,713	1,15
clorofórmio	61	4,81	1,498	1,04
acetato de n-butila		5,01		
clorobenzeno		5,62		
acetato de etila	77	6,02	0,894	1,78
ácido acético	118	6,2	1,049	1,74
cloreto de n-butila		7,39		
tetrahidrofurano	66	7,58	0,886	1,75
ácido trifluoroacético		8,55		
diclorometano	40	9,08	1,3266	1,60
o-diclorobenzeno		9,93		
cloreto de etileno		10,36		
piridina		12,4		
metilisobutilcetona		13,11		
metilpropilcetona		15,45		
álcool isobutílico		16,68		
2-metoxietanol		16,93		
n-butanol	118	17,1	0,810	1,63
isopropanol	82	18,3	0,785	1,66
metiletilcetona		18,51		
n-propanol	97	20,1	0,803	1,68
acetona	56	20,7	0,786	2,88
etanol	79	24,3	0,789	1,69
N-metilpirrolidona		32,2		
metanol	65	32,6	0,791	1,70
nitrobenzeno		34,8		
dimetilformamida	153	36,71	0,944	3,82
etilenoglicol		37,5		
acetonitrila	82	37,5	0,786	3,92
dimetilacetamida		37,78		
glicerina		43		
dimetilsulfóxido	189	46,7	1,092	3,96
ácido fórmico	101	58	1,21	1,41
água	100	88 (273K); 78,54 (298K)	1,00	1,85
Ácido sulfúrico anidro		101		
formamida		109		

Tabela II. Constantes dielétricas de algumas misturas de solventes

solventes	Proporção (v/v)	Constante dielétrica
Hexano : diclorometano	1 : 1,3	5,88
Hexano : diclorometano	1 : 1	5,47
Hexano : anidrido acético	5 : 1	5,16
Hexano : diclorometano	1,8 : 1	4,47
Hexano : acetona	7,5 : 1	4,25
Hexano : acetona	9 : 1	3,92
Hexano : anidrido acético	9 : 1	3,92
Hexano : etanol	14 : 1	3,55
Hexano : acetato de etila	2 : 1	3,37
Hexano : acetona	14 : 1	3,29
Hexano : anidrido acético	14 : 1	3,29
Hexano : acetona	15 : 1	3,22
Hexano : clorofórmio	1,8 : 1	3,02
Hexano : diclorometano	7,5 : 1	2,86
Hexano : etanol	29 : 1	2,79
Hexano : acetona	30 : 1	2,65
Hexano : clorofórmio	4 : 1	2,60
Hexano : metanol	58 : 1	2,57
Hexano : metanol	59 : 1	2,56
Hexano : clorofórmio	5 : 1	2,51
Hexano : clorofórmio	6 : 1	2,51
Hexano : etanol	59 : 1	2,43

### 1.3. Desvantagem

A separação por solventes gera produtos intermediários (transfere-se o soluto A do solvente B para outro solvente C) e, portanto será necessário utilizar um outro processo posteriormente (e.g. destilação ou evaporação) para obter-se o soluto A livre do solvente C.

### 1.4. Procedimento experimental

#### 1.4.1. Materiais e substâncias

*Materiais:* tubo de ensaio, funil de separação de 150 ml com torneira de teflon, 2 erlenmeyers de 100 ml, 2 pipetas de 5 ml, base com haste, aro de metal.

*Substâncias:* Hexano P.A., solução aquosa saturada de iodo.

#### 1.4.2. Experimento

- Adicionar 5 ml de solução aquosa de iodo em um tubo de ensaio e adicionar 5 ml de hexano. Agitar e observar.
- Transferir 15 ml de solução aquosa de iodo para um funil de separação e adicionar 15 ml de hexano.
- Tampar o funil, invertê-lo e abrir a torneira para prevenir o aumento de pressão interna.
- Agitar suavemente com movimentos circulares, fechar a torneira, retornar o funil à posição original, pô-lo no suporte e retirar a tampa.
- Aguardar que a interface entre os líquidos esteja visível e fina para então recolher a fase inferior em um erlenmeyer e a outra fase em outro frasco.
- Repetir as operações d e e mais duas vezes com Hexano novo.
- Tampar ambos os frascos com rolha. Rotulá-los e guardá-los na estante de amostras.

## SEPARAÇÃO DE MISTURAS (extração de produtos naturais e arraste por vapor)

VI

### 1. Extração de produtos naturais

#### 1.1. Extração por solvente (*primeira parte*)

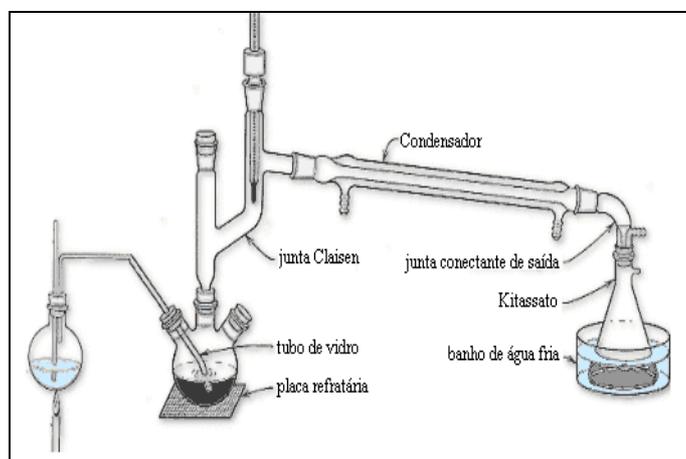
Nesta prática serão iniciados os processos de extração de compostos orgânicos por métodos de laboratório.

*Material:* vegetais secos e moídos, metanol, 2 erlenmeyers de 250 mL, funil de separação, funil de vidro grande, papel de filtro grande, aro para funil, base com haste, bastão de vidro, 2 béqueres de 500 mL, 2 balões de 500 mL com uma boca, tubos de vidro, rolhas de cortiça, 2 bicos de bunsen, 2 telas refratárias, tripés, mangueiras de silicone.

*Procedimento:* Para a extração com o funil de separação, pesar de 100 a 200 g do pó a ser extraído e adicioná-lo ao erlenmeyer, em seguida adicionar 100 a 200 mL de metanol, agitar e deixar em repouso por 15 minutos. Após esse tempo, filtrar o material e repetir o procedimento por quatro vezes com o pó semi-extraído. O filtrado deverá ser concentrado em evaporador rotatório até um volume de aproximadamente 100 mL.

#### 1.2. Arraste por vapor

Para o arraste com vapor, monte o equipamento conforme instruções e ao balão de duas bocas acrescente 250 mL de água e o material a ser extraído (folhas de eucalipto, pó de cravo, etc.). Ao outro balão acrescente 300 mL de água e acenda os dois bicos para começar o processo de extração.



Equipamento para arraste por vapor

## SEPARAÇÃO DE MISTURAS (extração de produtos naturais e extração Soxhlet)

VII

### 1. Extração por solvente (segunda parte)

Nesta prática será dada continuidade ao processo de extração iniciado na prática anterior e uma demonstração do processo de extração com equipamento Soxhlet.

*Material:* Extrato em metanol, funil de separação, aro, base com haste, equipamento de destilação simples, manta aquecedora, erlenmeyers, n-hexano ou éter de petróleo, clorofórmio, acetato de etila, butanol.

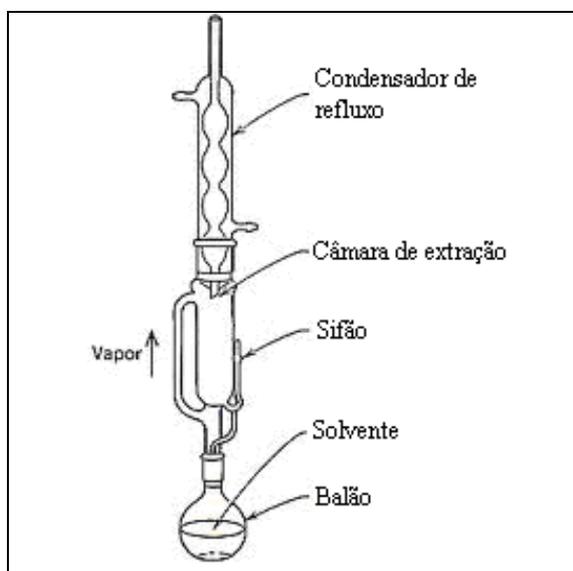
*Procedimento:* Ao extrato obtido na última prática, acrescentar 100 mL de n-hexano com agitação e transferir para o funil de separação. Esperar alguns minutos e recolher as frações. Repetir o procedimento por quatro vezes e reduzir o volume da fração de n-hexano por destilação. Proceder da mesma maneira para os outros solventes.

Na tabela das constantes dielétricas (CD) dos principais solventes e reagentes constam também dados sobre ponto de ebulição (PE), densidade e momento de dipolo da molécula ( $\mu$ ). Os valores de CD permitem a escolha do solvente ou mistura de solventes que melhor separam uma mistura de compostos em cromatografia.

### 2. Extração com equipamento Soxhlet

*Material:* Vidraria Soxhlet completa, copo de celulose, algodão, pérolas de vidro, manta de aquecimento de 500 mL, metanol.

Extrator Soxhlet (demonstração): O equipamento será montado conforme figura ao lado para extrair-se a clorofila de um vegetal.



# SEPARAÇÃO DE MISTURAS (cromatografia)

VIII

## 1. Introdução

A cromatografia é um método de separação de substâncias baseado na distribuição seletiva dos diferentes componentes de uma mistura entre duas fases imiscíveis.

Os métodos cromatográficos permitem separar os componentes de uma mistura, pois dependem da migração seletiva e diferencial dos solutos através de um sistema constituído de duas fases: uma sólida (fase estacionária) e outra fluida (fase móvel). A fase sólida também é chamada de *adsorvente*, pois é capaz de deter ou concentrar seletivamente sobre a sua superfície gases, líquidos ou sólidos, podendo, estes, serem arrastados por uma fase móvel, denominada *eluente*.

As principais técnicas cromatográficas são: cromatografia em papel, em camada delgada, em coluna, em fase gasosa e em fase líquida com alta pressão.

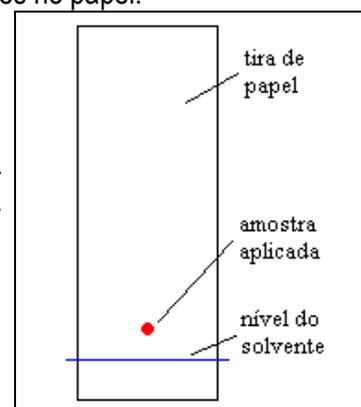
## 2. Cromatografia em papel

Essa técnica utiliza como fase estacionária um papel de qualidade especial e a separação dos componentes de uma mistura se dá pela migração diferencial dos componentes no papel.

É uma técnica muito simples, onde a amostra é aplicada na superfície do papel por meio de um tubo capilar em uma posição que deve situar-se acima do nível em que ficará o solvente, quando a extremidade do papel for mergulhada nele.

Ao ser mergulhado o papel no solvente, este ascende por capilaridade, atingindo a amostra e iniciado o processo de separação por meio das interações diferenciais entre amostra/papel, amostra/solvente e também em função do tamanho molecular (massa molar), para homólogos de uma determinada série.

Esse método é muito útil para separar substâncias muito polares como os açúcares e os aminoácidos.



## 3. Cromatografia em camada delgada

Essa técnica é muito semelhante à cromatografia em papel, porém com maior eficiência.

O método consiste em cobrir uma placa de vidro, alumínio ou plástico com um adsorvente adequado e de fina granulação. O adsorvente (sílica gel,  $Al_2O_3$ , etc.) é suspenso em água de modo a formar uma pasta e espalhado uniformemente sobre a superfície com espessuras que variam de 0,1 a 2 mm. Em seguida, a placa é posta a secar e ativada em estufa a 110°C.

A observação dos componentes separados pode ser feita a olho nu ou por meio de reveladores químicos ou físicos (luz ultravioleta).

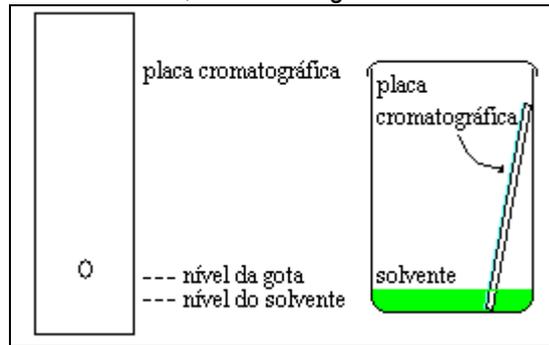
Os métodos cromatográficos vistos até agora são chamados de *analíticos*, pois dão uma idéia qualitativa da mistura. O uso de placas maiores ou camadas de adsorvente na faixa mais espessa permite proceder-se à chamada *cromatografia preparativa*, onde podem ser manipuladas amostras até 250 mg. Para a separação de quantidades maiores, dá-se preferência à cromatografia em coluna.

Nesta prática, serão feitas corridas cromatográficas em placa fina dos extratos obtidos na prática anterior.

### 3.1. Procedimento experimental

*Material:* Extratos obtidos na aula anterior, tubos capilares, cuba de cromatografia, lâminas de vidro com sílica gel, solventes (hexano e éter etílico).

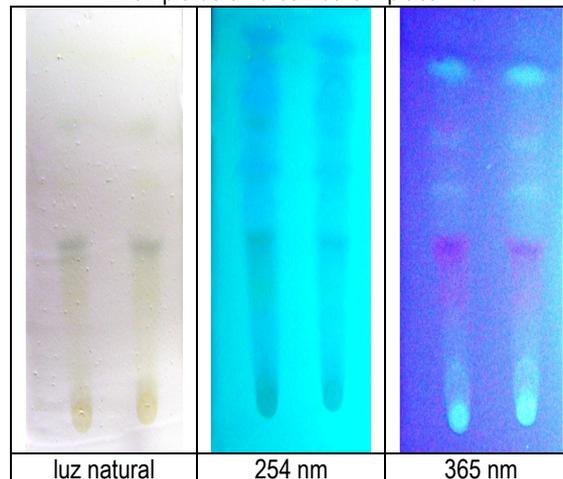
*Procedimento:* Preparar 50 ml de uma mistura de hexano/éter etílico 1:1 e adicionar à cuba de cromatografia até uma altura de  $\pm 50$  mm e tampar a cuba. A uma placa com sílica gel, aplicar, com um capilar, uma pequena gota de um dos extratos, conforme figura abaixo.



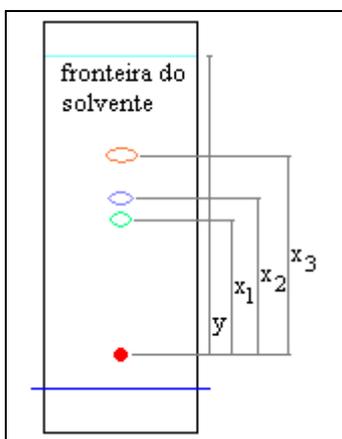
Deixe secar a gota e aplique o extrato mais duas vezes. Em seguida, com cuidado, coloque a placa cromatográfica dentro da cuba, apoiada nas paredes do recipiente e certifique-se que a gota esteja sempre acima do nível do solvente. Tampe a cuba e aguarde a subida do solvente pela placa.

Quando o solvente tiver tomado praticamente toda a área da placa, retire-a da cuba, faça uma marca lateralmente junto à fronteira do solvente e deixe secar sobre a bancada. Proceda à observação das frações separadas através de luz ultravioleta de 254 nm e 365 nm.

Exemplo de uma corrida em placa fina



### 3.2. Determinação do fator de retardamento



O fator de retardamento ( $R_f$ ) de uma determinada substância é definido como a fração de espaço percorrido pela substância, na placa, em uma determinada fase móvel. Seu valor é obtido pelo quociente entre a distância mancha/ponto de aplicação e a fronteira do solvente/ponto de aplicação, como na figura ao lado, de forma que:

$$R_{f_1} = \frac{x_1}{y}; R_{f_2} = \frac{x_2}{y} \text{ e } R_{f_3} = \frac{x_3}{y}$$

### 3.3. Cromatografia em coluna (demonstração)

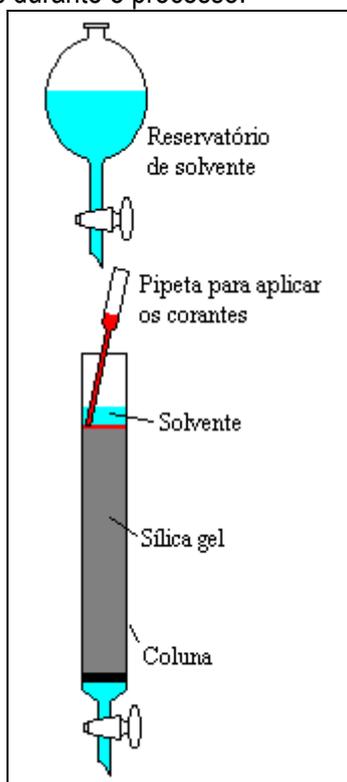
*Material:* Coluna cromatográfica com torneira de teflon e placa sinterizada, base com haste, espátula, garras, sílica gel, solvente, mistura de corantes.

*Procedimento:* Fixar na haste, por meio de garras, a coluna limpa e seca e certificar-se que a torneira está fechada. A um béquer de 150 mL, adicionar um pouco de sílica gel e solvente. Deixar intumescer e acrescentar mais solvente até que haja sobrenadante. Com uma espátula, despeje vagarosamente a sílica gel dentro da coluna deixando sempre solvente aproximadamente 50 mm acima do nível da sílica e certifique-se da inexistência de bolhas ao longo da coluna de sílica. Repita a operação até que a sílica esteja a  $\pm 2$  cm do topo da coluna.

Nota: Nunca colocar a resina seca na coluna e depois adicionar o solvente. O rápido intumescimento poderá romper o tubo.

Abra vagarosamente a torneira e deixe escoar o solvente de modo a completar o volume abaixo da placa sinterizada (mantenha sempre o nível de solvente acima da sílica através de contínua adição deste). Terminada a operação, a coluna estará pronta para ser utilizada.

Com uma pipeta Pasteur, tome um pouco da mistura de corantes e aplique delicadamente logo acima do nível de sílica (conforme figura abaixo). Terminada a aplicação, abra vagarosamente a torneira, tanto da coluna quanto do reservatório de solvente acima da coluna, de modo a que os fluxos estejam com vazão próxima. Observe a separação de cores durante o processo.

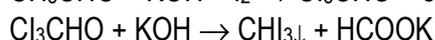
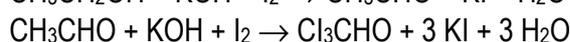
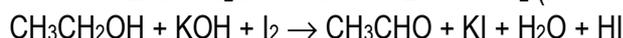
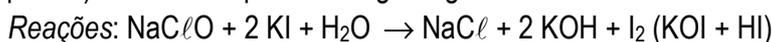


<b>IDENTIFICAÇÃO DE ALCOÓIS E FENÓIS</b>	<b>IX</b>
--	-----------

**1. Reação halofórmica com o etanol**

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 mL, bico de Bunsen, tubo de ensaio (2), pipeta (3), bico de Bunsen, pregador, etanol, solução de iodeto de potássio, hipoclorito de sódio.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio misturar 1 mL de etanol com 1 mL de solução de KI (ver item ao fim da apostila) e 1 mL de hipoclorito. Agite vigorosamente e observe o resultado.

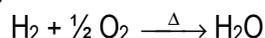


*Nota:* A reação halofórmica é empregada para determinar a presença dos grupos R-COCH<sub>3</sub> e R-CHOHCH<sub>3</sub> onde R pode ser aril, alquil ou hidrogênio, desta forma, dão teste positivo a acetofenona, 1-feniletanol, acetaldeído, etanol, acetona, 2-propanol e os homólogos superiores metilcetônicos e metilcarbinólicos.

**2. Caráter ácido dos alcoóis**

*Material:* Tubo de ensaio, bico de Bunsen, pipeta, pregador, álcool comum, sódio metálico.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio adicionar 1 mL de etanol e um pequeno fragmento de sódio metálico. Após alguma efervescência, aproximar a boca do tubo da chama do bico de Bunsen (cuidado).

**3. Caracterização do fenol**

*Material:* Tubo de ensaio, pipeta, água fenicada, ácido sulfúrico concentrado e formol.

*Procedimento:* Preparar água fenicada adicionando 5 gotas de fenol a 2 mL de água. A esta solução adicionar 1 gota de formol e deixar escorrer pelas paredes do tubo 1 mL de ácido sulfúrico concentrado e esperar alguns minutos (não agitar o tubo). Verificar a formação de anéis.

**4. Caráter ácido do fenol (I)**

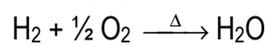
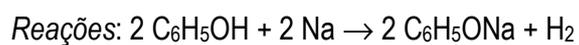
*Material:* Tubo de ensaio, pipeta, placa de toque, bastão de vidro, indicadores (fenolftaleína, vermelho de cresol, vermelho de bromofenol, vermelho de metila e alaranjado de metila), papel tornassol.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio preparar 2 mL de água fenicada. A uma placa de toque, adicionar fenolftaleína levemente alcalina e adicionar algumas gotas de água fenicada. Repetir a operação com os outros indicadores. Com o papel de tornassol, mergulhar um bastão de vidro na água fenicada e umedecê-lo.

**5. Caráter ácido do fenol (II)**

*Material:* tubo de ensaio, pipeta, pregador, fósforos, fenol, sódio.

*Procedimento:* Pipeta-se 1 mL de fenol em um tubo de ensaio e adiciona-se um pequeno fragmento de sódio metálico. Verificar o desprendimento de gás. Aproximar a chama do fósforo da boca do tubo.

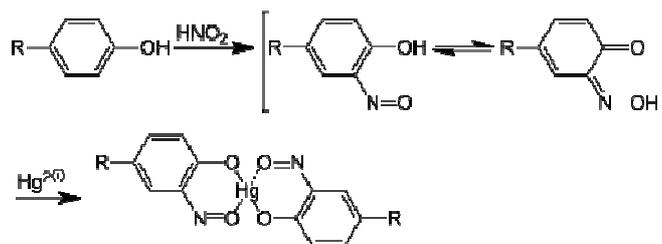


## 6. Teste de Millon para fenóis

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, tubo de ensaio, reagente de Millon, fenol (resorcinol, ácido pícrico).

*Procedimento:* Dissolva um pouco de fenol em 2 ml água quente e adicione três gotas do reagente de Millon (proceda da mesma maneira para os outros fenóis).

Reações:



# IDENTIFICAÇÃO DE ALDEÍDOS E CETONAS

**X**

## ALDEÍDOS

O mais comercialmente conhecido é o formol, empregado na conservação de cadáveres.

### 1. Redução do reagente de Fehling ou Benedict

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, tubo de ensaio, pregador, pipeta, reagente de Fehling, formol, glicose.

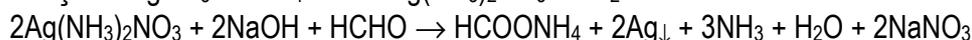
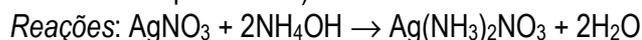
*Procedimento:* Prepara-se o reagente de Fehling ou Benedict e a um tubo de ensaio adiciona-se 1 ml do reagente e duas gotas de formol e aquece-se brandamente. Observar o precipitado e sua cor. Faça o mesmo adicionando pequena quantidade de glicose.



### 2. Redução do reagente de Tollens

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, tubo de ensaio, pregador, pipeta, reagente de Tollens, formol, glicose.

*Procedimento:* Prepara-se o reagente de Tollens e a um tubo de ensaio adiciona-se 1 ml do reagente e duas gotas de formol (ou solução de glicose). Observar o precipitado (no caso da glicose pode ser necessário um leve aquecimento).



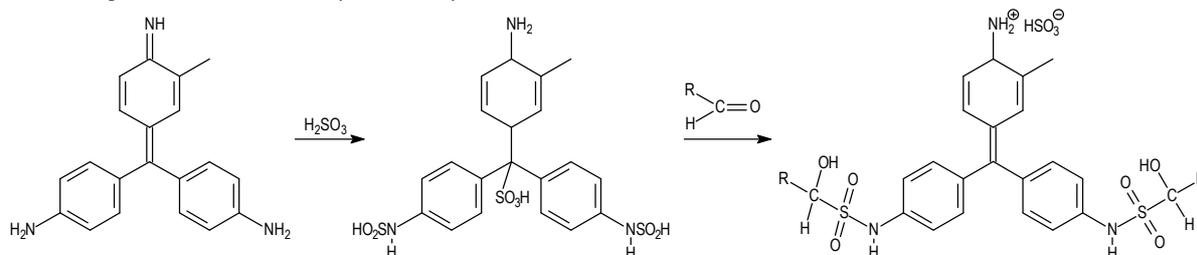
Nota: Após a reação, imediatamente jogar o conteúdo do tubo na pia e lavar o tubo com ácido nítrico diluído para eliminar possíveis vestígios de Fulminato de prata, que é altamente explosivo quando seco.

### 3. Reação de Schiff

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, tubo de ensaio, pregador, pipeta, ácido sulfúrico concentrado, sulfito de sódio, solução de Fucsina (corante Gram), formol.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio colocar 3 ml do reagente de Schiff, seguido de 2 gotas de ácido sulfúrico e um pouco de sulfito de sódio (forma-se o bissulfito de sódio). Adicionam-se 2 ml de formol e aquece-se suavemente com agitação. Observar as três colorações durante o processo (cetonas e alguns aldeídos aromáticos não reagem).

*Reação:* Fucsina ácida (vermelha)  $\xrightarrow{\text{NaHSO}_3 \text{ ou } \text{SO}_2}$  incolor  $\xrightarrow{\text{aldeído}}$  vermelho



### 4. Reação de Molish (teste para glicose)

*Material:* Tubo de ensaio, pipetas, ácido sulfúrico concentrado, reativo de Molish, glicose.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio adicionar 1 ml do reativo de Molish, um pouco de glicose e deixa-se escorrer algumas gotas de ácido sulfúrico pelas paredes. Notar o anel formado.

*Reação:* forma-se uma resina

## 5. Reação de Moore

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, tubo de ensaio, pregador, hidróxido de potássio (potassa), glicose.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio adicionar algumas escamas de potassa e 2 ml de água deionizada, aquecer levemente e adicionar um pouco de glicose. Observar a cor formada (repetir o ensaio com a sacarose).

*Reação:*

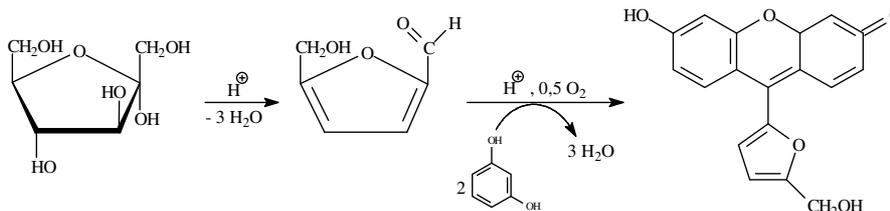
## CETONAS

### 6. Reação de Seliwanoff (para cetoses)

*Material:* Tubos de ensaio, pipeta, pregador, bico de Bunsen, tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, resorcina, ácido clorídrico, sacarose (ou frutose) e glicose.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio com 6 ml de água acrescentar um pouco de resorcina e seis gotas de ácido clorídrico e após dissolução dividir o reativo em dois tubos de ensaio. Ao primeiro adicionar frutose e ao outro, glicose. Aquecer brandamente em banho-maria e observar a mudança de cor.

*Reação:*



### 7. Reação de Tollens para cetonas

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, tubos de ensaio, pipeta, pregador, acetona, frutose e soluções para preparar o reagente de Tollens.

*Procedimento:* O reagente de Tollens pode ser preparado em um tubo de ensaio adicionando-se 1 ml da solução de  $\text{AgNO}_3$ , 1 ml da solução de  $\text{NaOH}$  e algumas gotas de amônia até clarear a solução. Dividir a solução em duas partes usando um outro tubo de ensaio. A um deles acrescentar 0,5 ml de acetona, e ao outro, a frutose e aquecer brandamente. Observar se existe precipitado.

### 8. Teste do iodofórmio com acetona

*Material:* Tubo de ensaio, pipeta, pregador, bico de Bunsen, solução de iodeto de potássio, solução de  $\text{NaClO}$ , acetona.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio adicionar 1 ml de acetona, 1 ml da solução de  $\text{KI}$  e 1 ml de hipoclorito. Agitar vigorosamente. Notar a formação de precipitado.

*Reação:*  $\text{NaClO} + 2 \text{KI} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{NaCl} + 2 \text{KOH} + \text{I}_2$

$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + 3 \text{I}_2 \rightarrow \text{CH}_3\text{COCl}_3 + 3 \text{HI}$

$\text{CH}_3\text{COCl}_3 + \text{KOH} \rightarrow \text{CHI}_3 + \text{CH}_3\text{COOK}$

# IDENTIFICAÇÃO DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

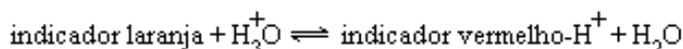
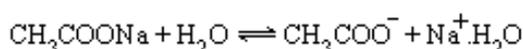
## XI

### 1. Caráter ácido das soluções

*Material:* tubo de ensaio, pipetas, ácido acético, acetato de sódio, alaranjado de metila.

*Procedimento:* A um tubo de ensaio adicionar 2 ml de ácido acético e 2 gotas de alaranjado de metila. Observar a coloração e em seguida adicionar algumas gotas da solução de acetato de sódio ao tubo contendo ácido acético. Explicar o ocorrido em termos de equilíbrio.

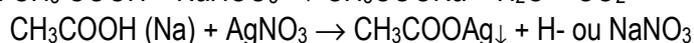
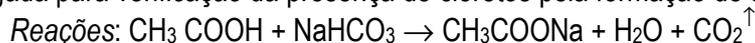
*Reações:*



### 2. Verificação da presença de ácidos

*Material:* Tubo de ensaio, pipetas, ácido acético, bicarbonato de sódio, nitrato de prata.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio coloca-se 1 ml de ácido acético e adicionar algumas gotas de uma solução concentrada de bicarbonato de sódio. Notar o desprendimento gasoso. Em seguida, no mesmo tubo, adicionar algumas gotas de solução de nitrato de prata e observar o precipitado (esta reação é empregada para verificação da presença de cloretos pela formação de um precipitado branco).



### 3. Propriedades do ácido acético glacial

*Material:* base com haste, garra para tubo de ensaio, tubo de ensaio, béquer, termômetro.

*Procedimento:* Prende-se um tubo de ensaio contendo 4 ml de ácido acético glacial a uma haste metálica. Coloca-se o termômetro dentro do tubo e este dentro do béquer contendo gelo e sal (2:1). Observar o processo de cristalização.

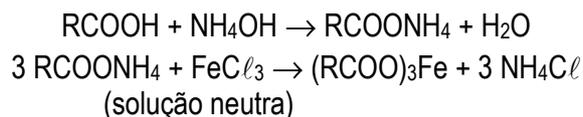
### 4. Teste com cloreto férrico

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, um ácido orgânico (fórmico, acético, salicílico, succínico ou benzóico), tubos de ensaio, pipeta de 5 ml, solução de  $\text{FeCl}_3$  a 2 %, amônia 0,01 M, fenolftaleína.

*Procedimento:* A solução deve ser neutralizada antes de proceder ao teste dissolvendo-se 0,5 g do ácido sólido ou duas gotas do ácido líquido em 1 ml de água deionizada seguido da adição de uma gota de fenolftaleína e, gota a gota, amônia diluída (0,01 M), com agitação até que a solução fique rosada. Nesse ponto, o tubo deve ser aquecido em banho-maria até que a solução fique transparente e não apresente mais odor de amônia (no caso dos ácidos oxálico, tartárico, cítrico e láctico, guardar uma porção para o teste com cloreto de cálcio). Resfrie a solução e adicione algumas gotas da solução de  $\text{FeCl}_3$ . Observe a cor e compare com a tabela abaixo.

Ácido	Resultado
Fórmico e Acético	Solução avermelhada
Succínico e Benzóico	Precipitado castanho claro
Salicílico	Solução violeta
Oxálico, Tartárico, Cítrico e Láctico	Sem mudança

Reações:



Nota: Se a solução estiver alcalina, a precipitação de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  interfere com o teste e se ainda estiver ácida, os complexos formados são incolores (falso negativo).

Pode ocorrer de o ácido láctico dar teste positivo (coloração amarela), conforme o teste de Kelling.

### 5. Reação de Uffermann para hidroxí-ácidos

*Material:* Tubo de ensaio, pipeta, reagente de Uffermann, ácido tartárico, benzóico ou salicílico.

*Procedimento:* Prepara-se 2 ml de solução de ácido tartárico em um tubo de ensaio e adicionam-se algumas gotas do reagente de Ufferman. Observar a cor resultante.

*Reação:*

### 6. Reações de Berg e Uffermann para o ácido láctico

*Material:* Tubos de ensaio, pipetas, balão volumétrico de 200 ml, reagente de Berg e Uffermann, ácido láctico.

*Procedimento:* Em dois tubos de ensaio adicionar 1 ml de ácido láctico a cada um. Ao primeiro adicionar algumas gotas do reagente de Berg e ao outro o reagente de Uffermann. Verificar a cor resultante.

*Reações:*

### 7. Reação de Denigés para o ácido tartárico

*Material:* Tripé, tela refratária, béquer de 500 ml, bico de Bunsen, tubo de ensaio, pipeta, pregador, ácido sulfúrico concentrado, resorcina, ácido tartárico.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio colocar 2 ml de ácido sulfúrico concentrado, adicionar 3 gotas da solução de resorcina (uma pequena quantidade de resorcina em 1 ml de água). Preparar 1 ml de uma solução de ácido tartárico em outro tubo de ensaio e adicionar a ela 3 gotas do reagente anterior, aquecer levemente e observar as mudanças.

*Reação:*

### 8. Teste de Millon para ácido salicílico

*Material:* Tubo de ensaio, pipeta de 5 ml, ácido salicílico, reagente de Millon.

*Procedimento:* Dissolver um pouco de ácido salicílico em 2 ml de água deionizada e adicionar 5 gotas do reagente de Millon.

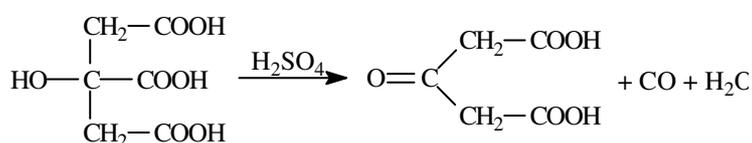
*Reação:* Semelhante à que ocorre com o fenol.

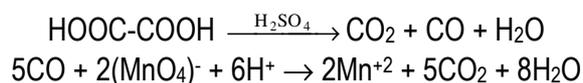
### 9. Decomposição do ácido cítrico e do ácido oxálico

*Material:* Tubo de ensaio, pipeta, tubo de vidro dobrado, rolha furada, cálice ou béquer, pregador, bico de Bunsen, permanganato de potássio, ácido sulfúrico concentrado, ácido cítrico e ácido oxálico.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio contendo alguns cristais de ácido cítrico adicionar 1 ml de ácido sulfúrico. Passar os vapores resultantes pelo reativo de Bayer e observar a cor resultante.

*Reações:*



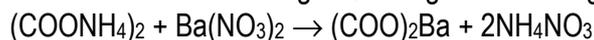
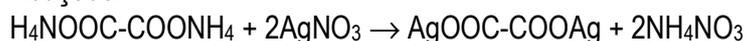


## 10. Caracterização de oxalatos

*Material:* tubo de ensaio, pipeta, oxalato de amônia, nitrato de prata, nitrato de bário.

*Procedimento:* Preparar 2 tubos de ensaio contendo cada um 1 ml de uma solução de oxalato de amônia.. Em um dos tubos adicionar algumas gotas de nitrato de prata e no outro tubo algumas gotas de solução de nitrato de bário. Observar os precipitados.

*Reações:*



## 11. Teste de Chernoff para ácido oxálico

*Material:* Tripé, placa refratária, bico de Bunsen, tubos de ensaio, béquer de 500 ml, resorcinol, ácido oxálico e ácido sulfúrico.

*Procedimento:* A 2 ml de água deionizada, adicione um pouco de ácido oxálico e um pouco de resorcinol. Se necessário, aqueça um pouco para dissolver os reagentes. Resfrie a solução a  $\pm 5^\circ\text{C}$  e adicione, pelas paredes do tubo, um pouco de ácido sulfúrico concentrado. Observe a formação de um anel colorido. Caso não haja formação de cor após alguns minutos, agite a solução, resfrie-a novamente e adicione o ácido. Se ainda não houver coloração, agite a solução e aqueça no banho-maria (sem ferver) e a cor deverá aparecer. Resfrie o tubo e a coloração desaparece, aparecendo novamente sob aquecimento.

Aqueça o tubo em banho-maria até a ebulição e observe a coloração formada e, em seguida, resfrie o tubo e observe a cor que aparece. Adicione, vagarosamente, ácido sulfúrico ao tubo de modo a formar duas camadas. Observe o resultado (os ácidos fórmico, acético, láctico, tartárico, cítrico, málico, succínico e benzóico não dão o teste).

*Reações:* Desconhecidas.

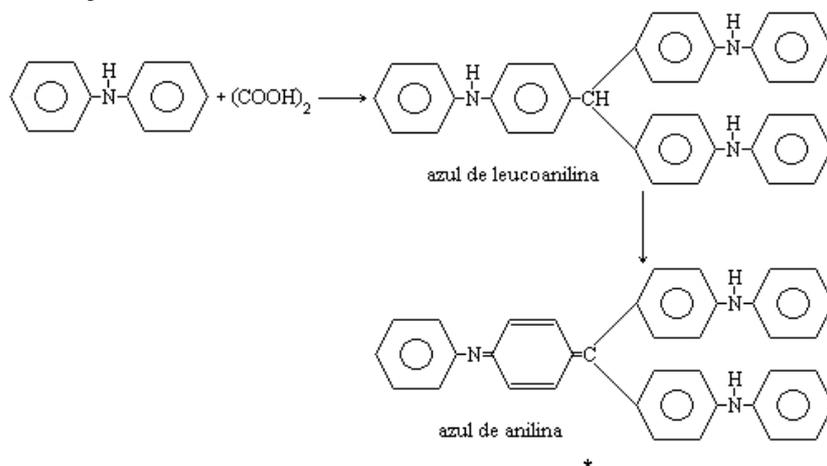
## 12. Formação do azul de anilina

Quando o ácido oxálico é aquecido entre 240-250°C com difenilamina, forma-se o azul de anilina.

*Material:* Tubo de ensaio, bico de Bunsen, etanol, ácido oxálico e difenilamina.

*Procedimento:* No tubo de ensaio adicionar um pouco de ácido oxálico e difenilamina e levar ao fogo. Após fusão e alguns minutos de aquecimento, deixar resfriar e adicionar algumas gotas de etanol. A cor azul é positiva para o teste.

*Reações:*



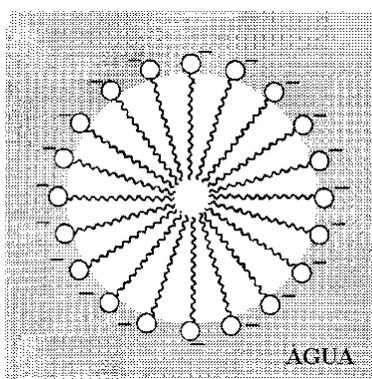
# DERIVADOS DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

## XII

### SAIS E SABÕES

Muitos ácidos orgânicos são produtos naturais, constituintes de óleos, gorduras, metabólitos celulares e matéria prima para ésteres, plásticos, sabões e intermediários de reações químicas.

Sabões e detergentes são substâncias produzidas pela ação de álcalis minerais sobre ácidos orgânicos. Devido a serem sais orgânicos, sua parte iônica interage com água enquanto que sua parte orgânica interage com óleos e gorduras. Devido a isto, são capazes de formar emulsões com água e substâncias orgânicas que normalmente não se misturam com água. Em presença de substâncias que tenham grande diferença entre seus momentos de dipolo (óleo e água), as moléculas de detergente dispõem-se na forma de micelas, como na figura abaixo, fazendo com que haja uma pseudo solução de óleo em água ou vice-versa.



Os ácidos orgânicos podem ser de dois tipos:

- ácidos graxos tipo  $\text{RCOOH}$  como o ácido oléico, adípico, sebácico, láurico, etc.
- ácidos sulfônicos tipo  $\text{RSO}_3\text{H}$  como o ácido dodecilbenzenossulfônico.

#### 1. Obtenção do sabão duro

*Material:* tubo de ensaio ou béquer, formas metálicas ou de madeira, pipeta, pregador, bico de Bunsen, ácido oléico (pode ser sebo), hidróxido de sódio (ou soda comercial).

*Procedimento a:* Aquece-se levemente um tubo de ensaio com 4 ml de ácido oléico e adiciona-se gota a gota uma solução 1M de NaOH (preparada na hora) até reação alcalina ao tornassol.

*Procedimento b:* Em um béquer de 50 ml adicionar 4 ml de ácido oléico ou 4g de sebo e aquecer com fogo baixo com placa refratária. Preparar 10 ml de solução de soda dissolvendo 1 g de NaOH em 10 ml de água e goteja-se sobre o ácido com agitação até reação alcalina ao tornassol. Aquece-se o sistema com agitação até que fique uma pasta para, em seguida, verter o conteúdo em formas.



#### 2. Obtenção de sabão mole

*Material:* tubo de ensaio ou béquer, pipeta, pregador, bico de Bunsen, ácido oléico (ou sebo), hidróxido de potássio (ou potassa comercial).

*Procedimento:* igual ao do item anterior.



### 3. Obtenção do sabão de cobre

*Material:* tubo de ensaio, sabão produzido nos itens anteriores, sulfato de cobre.

*Procedimento:* Dissolver o sabão produzido com um pouco de água. Acrescentar um pouco de sulfato de cobre em um tubo de água e dissolve-lo com 2 ml de água, em seguida acrescentar um pouco da solução de sabão ao tubo de ensaio.



### 4. Produção de sabão de cálcio

*Material:* sulfato de cálcio (ou água da torneira), tubo de ensaio, sabão produzido nos itens 1 e 2, filtro de vidro e papel de filtro.

*Procedimento:* Adicionar  $\text{CaSO}_4$  ao tubo de ensaio com 5ml de água e aquecer o sistema até a ebulição. Imediatamente após deixar esfriar até a temperatura ambiente e filtrar a solução para outro tubo de ensaio (ou então empregar diretamente). A este tubo acrescentar um pouco da solução de sabão previamente preparada.



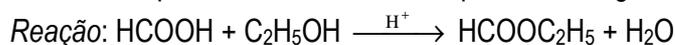
## ÉSTERES

A maioria dos ésteres são essências naturais ou artificiais.

### 5. Formiato de etila (essência de rum)

*Material:* tubo de ensaio, pipeta, pregador, bico de Bunsen, ácido acético, etanol, ácido sulfúrico.

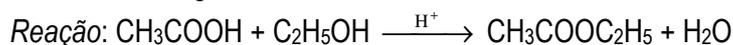
*Procedimento:* Em um tubo de ensaio adicionar 1,5 ml de etanol absoluto, 1 ml de ácido fórmico e 0,5 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Aquecer lentamente até desprendimento gasoso.



### 6. Acetato de etila

*Material:* tubo de ensaio, pipeta, pregador, bico de Bunsen, ácido acético, etanol, ácido sulfúrico.

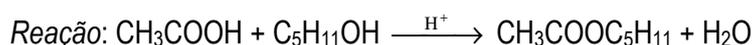
*Procedimento:* igual ao item anterior



### 7. Acetato de amila (essência de pêra)

*Material:* álcool amílico, ácido acético, ácido sulfúrico, tubo de ensaio, pregador, pipeta, bico de Bunsen.

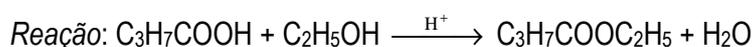
*Procedimento:* Como no item 1.



### 8. Butirato de etila (essência de abacaxi)

*Material:* Os mesmos que nos itens anteriores substituindo os reagentes por álcool etílico e ácido butírico.

*Procedimento:* Como no item 1.

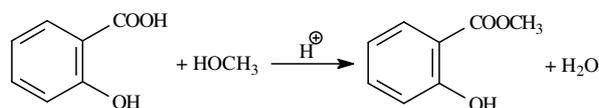


### 9. Salicilato de metila

*Material:* O mesmo que nos itens anteriores substituindo os reagentes por álcool metílico e ácido salicílico.

*Procedimento:* Ao tubo de ensaio adicionar um pouco de ácido salicílico, 1 mL de metanol e 0,5 mL de ácido sulfúrico. Aquecer o tubo lentamente e notar o cheiro resultante.

*Reação:*



## 10. Benzoato de metila

*Material:* Tubos de ensaio, pipetas, pregador, ácido benzóico, ácido sulfúrico, hidróxido de sódio e metanol.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio misturar ácido benzóico com um floco de hidróxido de sódio e aquecer à fusão. Deixar o tubo em repouso. Em outro tubo adicionar 1 mL de metanol e 1 gota de ácido sulfúrico concentrado. Jogar esta mistura no tubo contendo a mistura sólida e notar o odor desprendido.

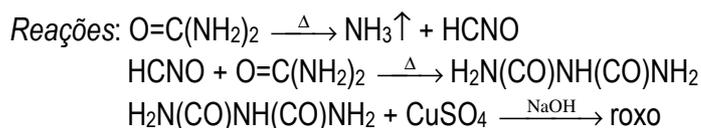
# IDENTIFICAÇÃO DE AMINAS E PREPARAÇÃO DE UM CORANTE

## XIII

### 1. Reação do biureto para a uréia

*Material:* Tubo de ensaio, pregador, bico de Bunsen, uréia, hidróxido de sódio e sulfato de cobre.

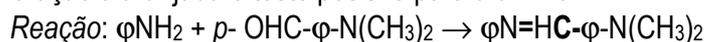
*Procedimento:* Em um tubo de ensaio aquecer suavemente acima do PF por 1-2 minutos 0,5 g de uréia e verificar o gás desprendido com um papel tornassol vermelho umedecido. O resíduo sólido (biureto) é identificado adicionando-se 2 ml de água, 2 gotas de solução diluída de sulfato de cobre e 2 gotas de NaOH a 10%.



### 2. Formação de base de Schiff com a p-dimetilaminobenzaldeído

*Material:* tubo de ensaio, pipeta, anilina, solução saturada de p-dimetilaminobenzaldeído em ácido acético.

*Procedimento:* Ao tubo de ensaio adicionar uma gota de anilina e algumas gotas do reagente ácido. Uma coloração alaranjada é teste positivo para a anilina.

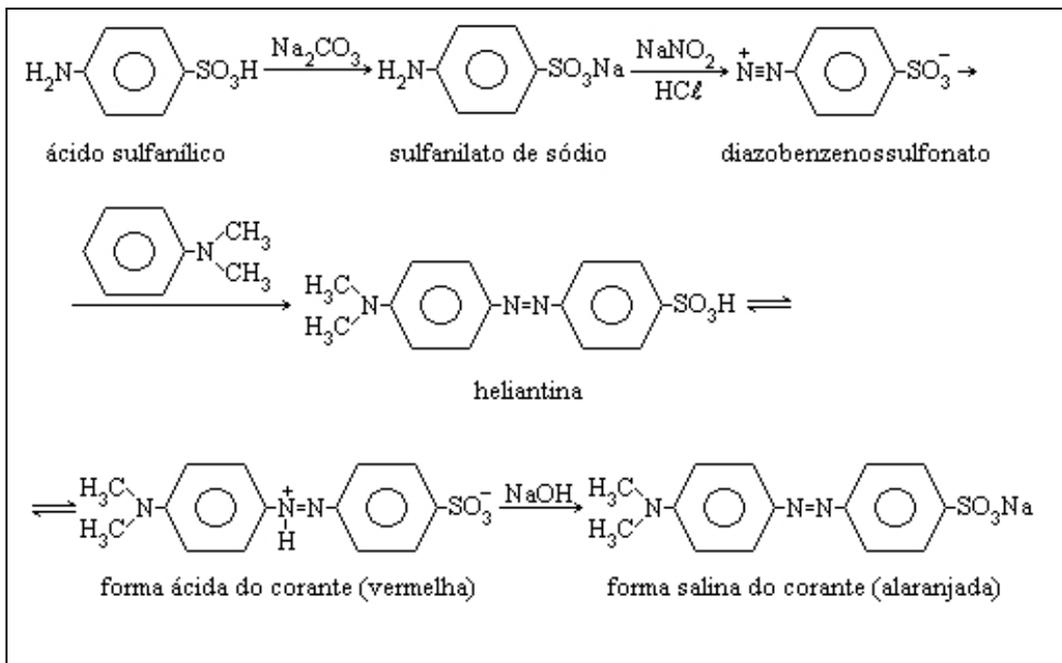


### 3. Alaranjado de metila

*Material:* béqueres de 50 ml e 200 ml, bastão de vidro, tripé, tela refratária, bico de Bunsen, provetas de 50 ml, aro, funil de separação, cuba, gelo, termômetro, funil de vidro, papel de filtro, ácido sulfanílico, ácido clorídrico, N,N-dimetilanilina, carbonato de sódio anidro, ácido acético, hidróxido de sódio, nitrito de sódio.

*Procedimento:* Em um béquer de 200 ml adicionar 10,5 g de ácido sulfanílico, 2,7 g de carbonato de sódio e 100 ml de água destilada. Aquecer até dissolução, deixar resfriar. Acomodar em cuba contendo gelo, resfriar a 15°C e adicionar lentamente e com agitação uma solução de 3,7 g de NaNO<sub>2</sub> em 10 ml de água. Transferir a mistura para funil de separação. Em um béquer de 200 ml adicionar 60 g de gelo picado e 10,5 ml de HCl concentrado. Sobre esta mistura, gotejar lentamente e com agitação a mistura de reagentes contida no funil de separação. Não deixar a temperatura passar de 15°C. Após adição, agitar ocasionalmente até aparecimento de finos cristais de diazobenzenossulfonato. Sobre essa suspensão de cristais adicionar lentamente, com agitação vigorosa, uma solução contendo 6,3 ml de N,N-dimetilanilina em 3 ml de ácido acético. Deixar em repouso por 10 minutos. Progressivamente separa-se a forma ácida vermelha do indicador (heliantina). Adicionar, então, vagarosamente e com agitação, 35 ml de solução aquosa a 20% de NaOH. A mistura torna-se alaranjada pela formação do sal de sódio do indicador (alaranjado de metila).

*Reações:*



<b>OBTENÇÃO DE ALCOÓIS E DERIVADOS</b>	<b>XIV</b>
--	------------

**1. Obtenção do etanol** (fermentação e destilação)

O etanol é um solvente empregado em larga escala na indústria química e laboratórios além de ser matéria prima para síntese de várias substâncias.

*Material:* balão de destilação, condensador, béquer, termômetro, rolhas de cortiça, mangueiras de látex ou silicone, tripé, tela de material refratário, bico de bunsen, garras, base com haste, vinho comum, pérolas de vidro.

*Procedimento:* Monta-se o sistema de destilação conforme ilustração. Ao balão de destilação adicionam-se algumas pérolas de vidro e vinho até metade do recipiente. Liga-se a água de refrigeração do condensador, acende-se o bico de bunsen e aquece-se o balão com chama pequena. Recolhe-se o etanol no béquer.

**2. Oxidação do etanol**

Processo para obtenção de acetaldeído e ácido acético.

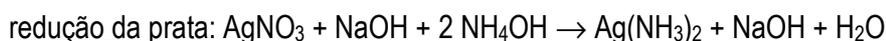
*Material:* 4 tubos de ensaio, pregador, pipeta, funil, papel de filtro, pisseta, aro pequeno e pipeta Pasteur.

*Procedimento1:* Inicialmente prepara-se a mistura sulfopermangânica (oxidante) pela adição de um pouco de permanganato de potássio e 1 ml de ácido sulfúrico a um tubo de ensaio. Em outro tubo de ensaio adiciona-se 1 ml de etanol e goteja-se lentamente a mistura oxidante sobre ele com agitação. Após adição total, filtrar a mistura para um outro tubo de ensaio.

Preparar o reagente de Tollens em um tubo de ensaio e jogar o filtrado sobre o reagente.

*Procedimento 2:* Em um tubo de ensaio adicionar 1 ml de ácido sulfúrico seguido de 1 ml de etanol lentamente pelas paredes do tubo, de tal modo a formar duas fases. Em seguida adicione um cristal de permanganato de potássio e observe o resultado.

*Reações:*

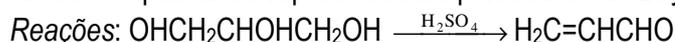


Cuidados: A mistura sulfopermangânica é oxidante enérgica. Uma grande quantidade adicionada de uma vez pode inflamar o álcool.

**3. Obtenção da acroleína**

*Material:* Tubo de ensaio, pregador, pipeta, rolha perfurada, tubo de vidro dobrado, béquer, bico de Bunsen, sulfato de sódio, ácido sulfúrico, glicerina, permanganato de potássio.

*Procedimento:* Preparar o reativo de Bayer em um béquer. Preparar o hidrogenossulfato de sódio adicionando 1 ml de ácido sulfúrico a um tubo de ensaio contendo um pouco de sulfato de sódio. Após dissolução adicionar 1 ml de glicerina ao tubo de ensaio, tampar o tubo com a rolha contendo o tubo de vidro, aquecer a 300°C e passar os vapores obtidos pelo reativo de Bayer.



# POLÍMEROS

## (Preparação de termoplásticos e termorrígidos)

# XV

### 1. Soluções poliméricas e purificação de polímeros

*Objetivo:* Observar algumas propriedades de polímeros em função de seu tamanho molecular.

*Materiais:* a) Vidraria: Béquero de 100 mL e de 500 mL 5 erlenmeyers de 125 mL, 1 erlenmeyer de 500 mL, funil de filtração, bastão de vidro, espátula, funil de adição de 100 mL.

b) Substâncias: isopor, clorofórmio, metanol, NaCl.

c) Diversos: papel de filtro, base com haste, aro, corpo de caneta bic.

*Procedimento:* A dissolução de polímeros não se comporta exatamente igual à de substâncias orgânicas de baixo peso molecular devido ao alto peso molecular de suas cadeias. A presença de interações intermoleculares e emaranhados moleculares dificulta o processo fazendo com que seja necessário um tempo maior para que as moléculas do solvente penetrem entre as cadeias separando-as. Polímeros amorfos geralmente solubilizam mais rapidamente que polímeros cristalinos, pois estes possuem interações intermoleculares mais intensas. Este efeito pode ser observado ao adicionar-se um pedaço de isopor e um pedaço de poliestireno rígido (corpo de caneta bic ou um pedaço de régua) a um frasco contendo solvente, e.g., clorofórmio.

Ao béquer de 100 mL adicione 20 mL de clorofórmio e um pedaço do corpo de caneta bic (poliestireno cristal – de alta densidade) e deixe em repouso.

O isopor (poliestireno expandido), possuindo uma densidade muito menor que a do poliestireno rígido, tende a solubilizar-se com maior rapidez.

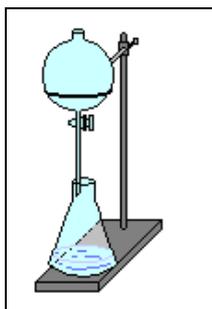
Além disso, mesmo em baixas concentrações, as viscosidades das soluções são muito mais altas do que se os compostos fossem de baixo peso molecular e este efeito é crescente com a concentração e o peso molecular do polímero. Para verificar experimentalmente este efeito, procede-se à dissolução de isopor em clorofórmio segundo a tabela abaixo:

Solução	Concentração (% - g/dℓ)	Volume de CHCl <sub>3</sub> (mℓ)	Massa de isopor (g)
1	1%	50	0,5
2	10%	50	5
3	20%	50	10

A erlenmeyers de 125 mL adicionar 25 mL de clorofórmio. Ao frasco 1 0,5 g de isopor, ao frasco 2 acrescentar 5 g de isopor, ao frasco 3, 7,5 g de isopor. Completar com mais 25 mL de clorofórmio. Para efeito de comparação, dissolver 5 g de sal de cozinha em 50 mL de água.

Pode-se observar que, à medida que a concentração aumenta, a solução vai ficando mais viscosa e, a 10% sua viscosidade é bem maior do que a solução salina, o que é um reflexo do alto peso molecular dessas substâncias poliméricas.

A precipitação do polímero pode ser feita montando-se o sistema abaixo, constituído por uma base com haste, aro de metal, funil de adição de 100 mL e um erlenmeyer de 500 mL.



No erlenmeyer adicionam-se 250 mL de metanol ou etanol. Ao funil de adição a solução a 20% de isopor em clorofórmio e, com agitação manual ou magnética, adiciona-se gota a gota a solução polimérica ao erlenmeyer e imediatamente começa a precipitação do polímero. Finda a precipitação, o sistema apresenta-se com um líquido esbranquiçado com uma massa branca ao fundo. O branqueamento da solução deve-se a frações de baixo peso molecular que ficam em emulsão. Para que estas frações precipitem, adiciona-se duas gotas de HCl concentrado ao erlenmeyer e aguarda-se algumas horas.

Com a precipitação destas frações, o líquido fica transparente e o material pode ser filtrado em papel de filtro qualitativo e o polímero secado em estufa por meia hora.

Deve-se ressaltar que a eficiência da precipitação está diretamente relacionada à razão solvente/não-solvente, portanto, quanto maior a proporção de não solvente e quanto mais concentrada for a solução polimérica, melhor será a eficiência da precipitação.

## 2. Resina fenol-formol (baquelite)

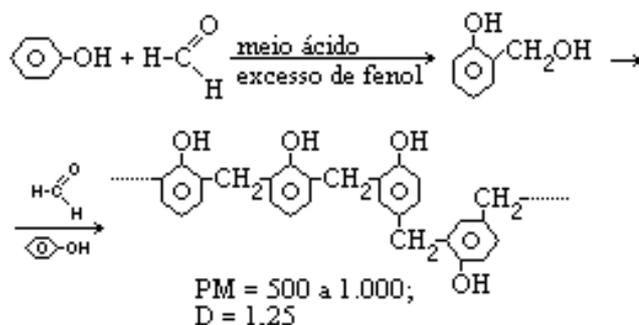
Uma das primeiras resinas sintéticas, com uso largamente difundido, é empregada na fabricação de eletrodomésticos (telefones, pás de ventilador), engrenagens, lixas, móveis (fórmica), entre outros.

*Material:* tubo de ensaio, pipetas, fenol oxidado (pode ser creolina), formol, ácido clorídrico (ou ácido muriático), pregador, bico de Bunsen (espiriteira), graal e pistilo.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio adicionar 1 ml de fenol e 1 ml de formol. Acrescentar 2 gotas de ácido clorídrico e aquecer brandamente até começar a ferver. Quando isto ocorrer, retire o tubo da chama e verifique se a ebulição continua. Caso pare, retorne o tubo ao fogo.

Observar o aumento da viscosidade do meio. Antes de endurecer, verter a mistura em graal, esperar endurecer e moer com o pistilo.

*Reação:*



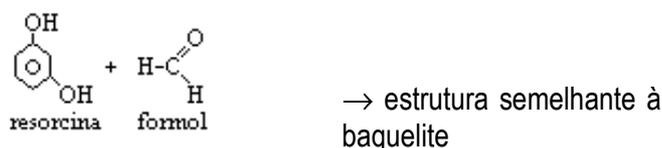
## 3. Resina resorcina-formol

Possui propriedades semelhantes à baquelite, mas apresenta maior resistência a fungos e água quente.

*Material:* tubo de ensaio, pipeta, resorcina, formol, ácido sulfúrico.

*Procedimento:* Em um tubo de ensaio adiciona-se resorcina, 2 ml de água e 2 gotas de formol. Após dissolução deixa-se 0,5 ml de ácido sulfúrico escorrer pelas paredes do tubo. Verificar os anéis formados.

*Reação:*



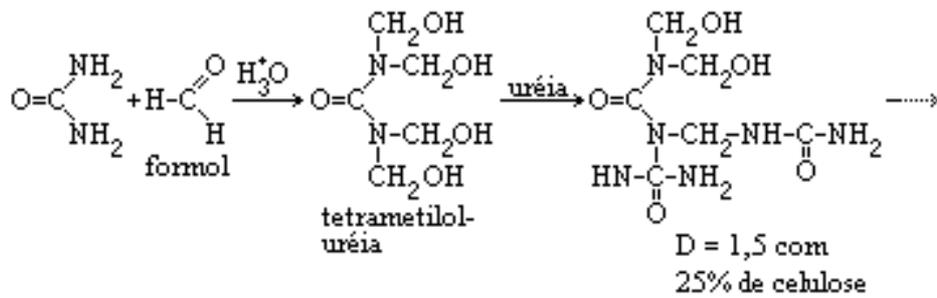
## 4. Resina uréia-formol

Resina termorrígida empregada na fabricação de botões e revestimento de assoalhos (sinteko).

*Material:* tubo de ensaio, béquer de 500 ml, tripé, tela refratária, bico de bunsen, pregador, uréia, ácido bórico, formol, água destilada.

*Procedimento:* Prepara-se um banho-maria aquecendo-se 250 ml de água no erlenmeyer. Em um erlenmeyer de 50 ml coloca-se 2 g de uréia, 4 ml de formol e 0,17 g de ácido bórico (1/12 da massa de uréia). Por o erlenmeyer nos vapores do banho-maria até plastificar.

*Reação:*



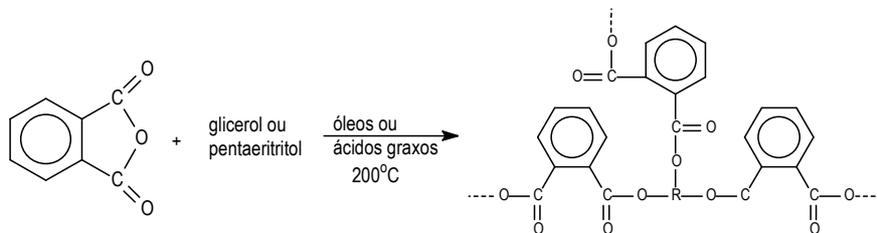
## 5. Resina alquídica

Poliéster reticulado, matéria prima para fabricação de tinta óleo.

*Material:* bico de Bunsen, tripé, tela refratária, cápsula de porcelana, bastão de vidro, glicerina, anidrido ftálico.

*Procedimento:* Em uma cápsula de porcelana adicionar 4,6 g de glicerina e 7,4 g de anidrido ftálico. Aquecer a mistura até homogeneização da massa mexendo sempre com o bastão de vidro. Quando atingir o ponto de fio, retirar o aquecimento e deixar endurecer ao ar. Quando endurecer, moer a massa em graal.

*Reação:*



<b>CARACTERIZAÇÃO DE PRODUTOS NATURAIS</b>	<b>XVI</b>
--	------------

**1. Taninos**

*Material:* tripé, tela refratária, béquer de 250 mL, bico de Bunsen, tubos de ensaio, filtro de vidro, papel de filtro, soluções de gelatina a 2 %, cafeína a 1 %, acetato de chumbo a 10 %, acetato de cobre a 5 %, cloreto férrico a 2 %, NaCl a 10 %, HCl concentrado, butanol.

*Preparação da solução de tanino:* 1,0 g do material vegetal pulverizado é aquecido, até a ebulição, em tubo de ensaio com 10 mL de água deionizada. O extrato é filtrado e em seguida realizadas as reações de identificação.

*Procedimento a:* A 1 mL da solução teste, adiciona-se algumas gotas de NaCl a 10 %. A ausência de precipitados indica que não há substâncias que interfiram nos ensaios para taninos.

*Procedimento b:* A 5 gotas da solução teste, adiciona-se uma gota da solução de gelatina a 2 %. Um precipitado branco indica a presença de taninos.

*Procedimento c:* Proceder como no item anterior empregando a solução de cafeína a 1 %, acetato de chumbo a 10 % e acetato de cobre a 5 %.

*Procedimento d:* A 5 gotas da solução teste, adiciona-se uma gota de FeCl<sub>3</sub> a 2 %. A coloração azul indica taninos hidrolisáveis e a cor verde, taninos condensáveis.

*Nota:* Embora as colorações sejam resultado da presença de hidroxilas fenólicas, estas podem não provir necessariamente dos taninos.

*Procedimento e:* Pesquisa de flobafenos – A 1 mL do extrato adiciona-se algumas gotas de HCl concentrado e leva-se ao banho-maria em ebulição por 5 minutos. Após resfriamento adiciona-se 2 mL de butanol. Uma coloração avermelhada na fase orgânica pode ser indício de taninos.

*Nota:* As antocianinas também apresentam esse comportamento (falso positivo).

**2. Flavonóides**

*Material:* tripé, tela refratária, béquer de 500 mL, bico de Bunsen, tubos de ensaio, filtro de vidro, papel de filtro, etanol a 70 %, Mg metálico, HCl concentrado, cloreto de alumínio a 5 %, FeCl<sub>3</sub> a 2 %, NaOH a 2 %.

*Preparação de solução:* 1,0 g do material vegetal em pó é aquecido, em banho-maria, com 10 mL de etanol a 70 %. O extrato é filtrado e submetido à identificação.

*Procedimento a:* Reação de Shinoda – A um tubo de ensaio adiciona-se 2 mL do extrato etanólico, alguns fragmentos de Mg metálico e 1,0 mL de HCl concentrado. A coloração rósea ou vermelha indica a presença de flavonóides.

*Procedimento b:* Umedecer duas fitas de papel de filtro com o extrato etanólico e aplicar, a uma delas, algumas gotas de solução de AlCl<sub>3</sub> a 5 %. Levar as fitas à luz ultravioleta e compará-las. A reação positiva é evidenciada pela intensificação da fluorescência da amostra.

*Procedimento c:* Dilui-se o extrato com água na proporção de 1:5, em seguida toma-se dois tubos de ensaio e adiciona-se 5 mL da solução diluída em cada um deles. A um dos tubos deixa-se escorrer pela parede do tubo, algumas gotas de FeCl<sub>3</sub> a 2 % e espera-se para observar o desenvolvimento de cor, que pode variar entre verde, amarelo-castanho e violeta, dependendo do flavonóide presente. Ao outro tubo, adiciona-se uma a duas gotas de NaOH a 2 %. Observa-se o desenvolvimento de coloração amarela, que pode variar de intensidade.

### 3. Alcalóides

*Material:* tripé, tela refratária, béquer de 500 mL, bico de Bunsen, tubos de ensaio, filtro de vidro, papel de filtro, HCl 10 %, Clorofórmio.

*Preparação da amostra:* Extração ácida – 5,0 g do material vegetal são aquecidos até ebulição durante 15 minutos com HCl 10 %. O extrato obtido é filtrado e extraído com duas porções de 10 mL de Clorofórmio. Após a filtração, o solvente é evaporado em banho-maria e o resíduo é dissolvido em 5 mL de HCl 10 %. Em seguida são realizados os testes.

*Procedimento a:* Teste de Bouchardat – adicionam-se algumas gotas do reativo de Bouchardat a 1 mL da solução teste. Uma coloração amarelo-tijolo é positivo.

*Procedimento b:* Teste de Bertrand – Adicionam-se algumas gotas do reagente de Bertrand a 1 mL da solução teste. Uma coloração amarelo-tijolo é positivo.

*Procedimento c:* Teste de Mayer – Adicionam-se algumas gotas do reagente de Mayer a 1 mL da solução teste. O aparecimento de um precipitado branco é positivo.

*Procedimento d:* Teste de Dragendorff – Adicionam-se algumas gotas do reagente de Dragendorff a 1 mL da solução teste. O aparecimento de uma coloração amarelo-tijolo é positivo.

### 4. Saponinas

*Material:* tripé, tela refratária, béquer de 500 mL, bico de Bunsen, tubos de ensaio, filtro de vidro, papel de filtro.

*Procedimento:* 1,0 g do material moído é aquecido até a ebulição com 10 mL de água. Após o resfriamento, o extrato é filtrado e agita-se o líquido resultante em tubo de ensaio fechado por 15 segundos. A formação de espuma persistente por mais de 15 minutos indica a presença de saponinas.

### 5. Antraquinonas

*Material:* tripé, tela refratária, béquer de 500 mL, bico de Bunsen, tubos de ensaio, filtro de vidro, papel de filtro, vidro de relógio, etanol a 25 %, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 %, éter etílico, NH<sub>4</sub>OH 0,1 M, NaOH a 5 %.

*Procedimento a:* Reação de Borntränger com prévia hidrólise ácida – pesa-se 1,0 g do material moído e transfere-se para um tubo de ensaio. Adiciona-se 8 mL de etanol a 25 % e aquece-se em banho-maria por 1 minuto. O extrato obtido é filtrado para tubo de ensaio contendo 4 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 5 %. O tubo é aquecido levemente e adiciona-se 5 mL de éter etílico para extração durante 3 minutos. A fase orgânica é decantada para outro tubo de ensaio e são adicionados, à fase aquosa, 5 mL de NH<sub>4</sub>OH diluído. O tubo é agitado fortemente e, em seguida, deixado em repouso. A reação positiva é evidenciada pela coloração rósea ou avermelhada.

*Procedimento b:* Reação com NaOH – pesa-se 0,5 g do material em pó em vidro de relógio e adiciona-se algumas gotas de NaOH a 5 %. Observa-se o aparecimento de uma coloração amarelada, que indica a presença de antraquinona na forma reduzida, ou de uma coloração avermelhada, que indica a presença de antraquinona oxidada.

## REAGENTES ESPECIAIS

### 01. Solução de tartarato de sódio e potássio ( $C_4H_4O_6KNa.4H_2O$ )

*Solução 0,1N padrão:* Seca-se o tartarato de sódio e potássio em estufa entre 130 e 150°C durante 3 horas. Deixa-se resfriar em dessecador provido de sílica gel e dissolvem-se 10,5 g deste sal em água destilada e transfere-se a solução para um balão volumétrico de 1 litro e completa-se o volume com água destilada.

O tartarato de sódio e potássio também é conhecido como sal de Rochele ou sal de Seignette e torna-se anidro por aquecimento entre 70 e 80°C. A solução satura em torno de 50 % em peso e a solução dissolve o hidróxido de cobre na presença de hidróxido de sódio.

### 02. Reagente de Bayer (solução diluída de permanganato de potássio)

$KMnO_4$  2,1.10<sup>-2</sup>M – Dissolvem-se cerca de 3,2 g de  $KMnO_4$  em 1 ℓ de água, mantém-se entre 60°C e 70°C por 2 horas e filtra-se a solução em papel de filtro qualitativo. Deve ser guardado ao abrigo da luz, pois se decompõe em  $MnO_2$ .

### 03. Reagente de Benedict, para determinação qualitativa de glicose

Dissolvem-se 173 g de citrato de sódio ( $C_6H_5O_7Na_3.5H_2O$ ) e 100 g de carbonato de sódio anidro em 800 ml de água quente, filtra-se, se necessário, e dilui-se com água até um volume final de 850 ml em uma proveta. Em seguida, coloca-se gradativamente uma solução de sulfato de cobre (17,3 g dissolvidas em 100 ml de água) agitando continuamente com um bastão de vidro. Transfere-se a solução para um balão volumétrico de 1 ℓ e completa-se o volume com água destilada.

### 04. Reagente de Berg (solução de cloreto férrico para determinação de ácido láctico)

Dissolvem-se 2 g de cloreto férrico em água, gotejam-se 5 ml de ácido clorídrico 1M e dilui-se com água até 200 ml.

### 05. Reagente de Bertrand (para alcalóides)

Dissolvem-se 5 g de ácido sílico túngstico [ $H_4(W_{12}SiO_{40})$ ] em 100 ml de água.

### 06. Reagente de Bouchardat (para alcalóides)

Dissolvem-se 1 g de lodo e 2 g de KI em 100 ml de água.

### 07. Reagente de Dragendorff (para alcalóides)

*Solução A:* 0,17 g de nitrato de bismuto em ácido acético/água (2/8 ml).

*Solução B:* 4 g de KI em ácido acético/água (10/20 ml)

Mistura-se as soluções e dilui-se a 100 ml com água deionizada.

### 08. Reativo de Fehling para análise de açúcares redutores e aldeídos.

*Solução A:* Dissolvem-se 34,65g de sulfato de cobre hidratado em água, transfere-se a solução para um balão volumétrico de 500 ml e completa-se o volume com água destilada.

*Solução B:* Dissolvem-se 173 g de sal de Rochele e 125 g de KOH em água destilada, transfere-se a solução para um balão volumétrico de 500 ml e completa-se o volume com água destilada.

As soluções são misturadas na hora de usar.

**09. Reativo de Kedde** (carboidratos cardiotônicos)

*Solução A:* 4 ml de solução metanólica de ácido 3,5-dinitrobenzóico.

*Solução B:* 6 ml de solução de KOH 1M em metanol.

Misturar as soluções na hora de usar.

**10. Reagente de Mayer** (para alcalóides)

Dissolvem-se 1,35 g de cloreto de mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) e 5 g de KI em 100 ml de água.

**11. Reagente de Millon** (para albuminas, tirosina e fenóis)

Dissolve-se 1,0 g de  $\text{Hg}^0$  em 2,0 ml de ácido nítrico fumegante a quente. Ao final, dilua com 3 ml de água, decante e filtre.

**12. Reagente de Molish**

Dissolvem-se 20g de  $\alpha$ -naftol em 100 ml de etanol. Para usar este reagente, coloca-se 1 ml de amostra num tubo de ensaio e adicionam-se 2 gotas deste reagente e 5 ml de ácido sulfúrico concentrado. Haverá coloração vermelha ou violeta em presença de albumina ou peptona.

**13. Reagente de Schiff** (para análise de aldeídos)

Dissolvem-se 0,1 g de fucsina em 60 ml de água morna, deixa-se resfriar e adiciona-se solução de sulfito de sódio (1 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  anidro em 9 ml de água e 1 ml de  $\text{HCl}$  conc.). Em seguida dilui-se com água até 100 ml. Usa-se esta solução após 5 horas de decantação.

**14. Reagente de Seliwanoff** (para determinação de açúcares)

Dissolvem-se 0,05 g de resorcina em 100 ml de  $\text{HCl}$ . Esta solução dá uma coloração ou precipitado vermelho na presença de frutose.

**15. Reagente de Tollens** para determinação qualitativa de aldeídos e açúcares.

Mistura-se o mesmo volume de uma solução a 10% (p/v) de nitrato de prata com uma solução a 10% (p/v) de hidróxido de sódio na hora de usar e goteja-se hidróxido de amônio a 2% ( $\pm 0,57$  M) até desaparecer o precipitado formado (deixar as duas soluções na bancada para preparo na hora).

**16. Reagente de Ufermann**

Adiciona-se 1 gota de solução de cloreto férrico em 50 ml de solução aquosa de fenol a 1,5-2%. Esta solução roxa reage com ácido láctico tornando-se amarela. Reage também com ácido oxálico, ácido tartárico e ácido cítrico.

**17. Solução de KI**

Adicionar 7,5 g de KI em 50 ml de água deionizada. Após dissolução, filtrar.

**18. Solução de NaClO**

0,1M – Dissolver 3,8 g de hipoclorito de sódio em água e completa-se a 1 litro.

1M – Misturar 40 g de NaClO em 100 mL de água deionizada e adicionar solução de Sulfato de sódio (25 g em 500 mL de água). Após dissolução, filtrar se necessário.

**19. Solução de nitrato de bário 0,5M**

Dissolver 131 g do sal em um pouco d'água e completar o volume a 1 l.